

## ELASTOMEROS. DETERMINACION DE LAS CARACTERISTICAS DE VULCANIZACION CON EL REOMETRO DE DISCO CIZALLANTE

Rubber. Measurement of vulcanization  
characteristics with the shearing disc rheometer

---

ICS: 83.060; 17.060

1. Edición

Junio 2002

**REPRODUCCION PROHIBIDA**

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.  
Teléf.: 830-0835 Fax: (537) 33-8048 E-mail: nc@ncnorma.cu

## Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta Norma:

- Ha sido elaborada a través del NC/CTN 73 Cauchos y Productos del Caucho, integrado por las entidades siguientes:

Ministerio de la Industria Básica	Ministerio del Comercio Interior
Oficina Nacional de Normalización	Ministerio del Interior
Ministerio de la industria Ligera	Ministerio del Transporte
Consejo de Estado (Cubalse)	
- Es una traducción idéntica a la ISO 3417:1991(E) Caucho – Determinación de las características de vulcanización con el reómetro de disco oscilante.
- Omite el prefacio de la norma internacional e incluye el presente prefacio nacional.

© NC, 2002

**Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por alguna forma o medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias o microfilmes, sin el permiso previo escrito de:**

**Oficina Nacional de Normalización (NC).**

**Calle E No. 261 Ciudad de La Habana, Habana 3. Cuba.**

**Impreso en Cuba**

## ELASTOMEROS. DETERMINACION DE LAS CARACTERISTICAS DE VULCANIZACION CON EL REOMETRO DE DISCO CIZALLANTE

### 1 Objeto

Esta Norma Internacional especifica un método para determinar las características de vulcanización de una mezcla de caucho por medio del reómetro de disco oscilante.

### 2 Principio del Método

**2.1** Se introduce una probeta de una mezcla de caucho en una cavidad cerrada herméticamente, bajo una presión positiva inicial y mantenida a una temperatura elevada. Se incluye un disco bicónico dentro de la probeta y se le hace oscilar con una pequeña amplitud rotativa. Esta acción ejerce un esfuerzo de cizalla sobre la probeta y la fuerza (par de torsión) requerida para hacer oscilar el disco, que depende de la rigidez (módulo de cizalla) de la mezcla de caucho. Se registra gráficamente el par en función del tiempo.

No puede esperarse una proporcionalidad directa entre el par y la rigidez en todas las condiciones de ensayo – particularmente para valores altos del par- debido a que deben tenerse en cuenta deformaciones elásticas del eje del disco y del mecanismo de transmisión. Además, en casos de pequeña amplitud de deformación, puede esperarse que el esfuerzo tenga un componente elástico considerable. Para controles rutinarios, no son necesarias correcciones.

**2.2** La rigidez de la probeta aumenta al comenzar la vulcanización, obteniéndose una curva completa cuando el par registrado alcanza un valor de equilibrio o un máximo (véase figura 1). El tiempo necesario para obtener la curva de vulcanización es una función de la temperatura del ensayo y de las características de mezcla.

**2.3** De la curva registrada del par de torsión como una función del tiempo pueden obtenerse los siguientes parámetros,  $M = f(t)$  (véase figura 1):

$M_L$ : par mínimo;

$t_{sx}$ : Tiempo de prevulcanización;

$t_c(y)$ : Tiempo para alcanzar un tanto por ciento predeterminado de la vulcanización completa;

$M_{HF}$ : par de meseta ("plateau");

$M_{HR}$ : par máximo (curva de reversión); o

$M_H$ : valor mas alto del par, alcanzado en una curva donde no se aprecia valor máximo o plateau después del período de tiempo especificado.

El par mínimo  $M_L$  depende de la rigidez y de la viscosidad de la mezcla sin vulcanizar, a bajo gradiente de cizalla. El tiempo de prevulcanización  $t_{sx}$  es una indicación de la seguridad en la elaboración. El tiempo para una vulcanización óptima  $t_c(y)$  se mide a un tanto por ciento predeterminado del par de torsión máximo, que es una medida de la rigidez del vulcanizado a la temperatura de

ensayo. El índice de velocidad de vulcanización es la pendiente media en la zona ascendente de la curva.

### **3 Aparatos**

#### **3.1 Reómetro**

Consta de un rotor consistente en un disco bicónico y un eje, dentro de una cámara con temperatura controlada. El eje del rotor se fija a un eje motriz, que le hace oscilar rotatoriamente con una pequeña amplitud.

El par de torsión aplicado al disco es función de la resistencia de la probeta a la deformación, y se registra automáticamente para proporcionar una curva del par en función del tiempo. En la figura 2 se muestra un esquema del conjunto rotor-cámara.

#### **3.2 Matrices**

**3.2.1** Deben ser de acero para herramientas con una dureza Rockwell mínima de 50 HRC.

En las figuras 3 y 4 se muestra la geometría de las matrices. Se deben emplear medios apropiados en el diseño de estas o bien se aplica presión sobre la probeta durante el ensayo, para reducir al mínimo el deslizamiento entre el disco y la probeta. Deben realizarse taladros en las matrices superior e inferior de acuerdo con las dimensiones dadas en las tablas 1 y 2, para permitir la inserción de los sensores térmicos. Las superficies de la cavidad deben disponer de ranuras rectangulares a intervalos de 20°C para reducir el deslizamiento. En la tabla 1 se dan las dimensiones de la matriz inferior y en la tabla 2 las de la superior.

**3.2.2** La matriz inferior debe tener un taladro central para permitir la inserción del eje del rotor. En dicho taladro se debe colocar una junta con un coeficiente de fricción constante, para impedir pérdidas de material desde la cavidad.

#### **3.3 Cierre de la cámara**

La cámara debe cerrarse y mantenerse cerrada durante el ensayo, por medio de un pistón neumático, con una fuerza de 11,0 kN  $\pm$  0,5 kN.

#### **3.4 Rotor**

Debe ser de acero para herramientas, con una dureza Rockwell mínima de 50 HRC. En la figura 5 se muestra un esquema del rotor, dándose sus dimensiones críticas en la tabla 3.

#### **3.5 Oscilación del disco**

La frecuencia de la oscilación rotatoria del disco será de (1,7  $\pm$  0,1) Hz, permitiéndose para casos particulares, el uso de otras frecuencias en el intervalo 0,05 Hz a 2 Hz. El desplazamiento angular máximo del disco será 1,00°  $\pm$  0,02° desde su posición centrada (recorrido total 2°) cuando la cavidad está vacía. Cuando sobre el disco actúa un par de torsión, la disminución del ángulo de oscilación debe ser una función lineal del par con una pendiente de 0,050°/N.m  $\pm$  0,002°/N.m. Se dispon-

drán de mecanismos apropiados para verificar tanto la amplitud inicial de la oscilación como su disminución con el par aplicado.

En casos particulares, pueden utilizarse otras frecuencias y desplazamientos angulares, especificándolo en el informe. En tales casos cabe esperar resultados diferentes.

**NOTA:** En los casos en que puede excluirse la posibilidad de deslizamiento entre probeta y cavidad o disco (sobre todo por una limpieza regular del rotor, véase apartado 7.2.3), puede utilizarse una amplitud de 3°. Con esta amplitud debe obtenerse una mayor sensibilidad en el ensayo, lo que puede ser útil para el control de producción.

### **3.6 Medición del par de torsión**

#### **3.6.1 Medición**

Se debe utilizar un mecanismo que produzca una señal directamente proporcional al par de torsión requerido para hacer oscilar el disco.

#### **3.6.2 Registrador**

Se utiliza para recoger la señal del mecanismo de medición del par. El registrador debe tener un tiempo de respuesta a lo largo de toda la escala del par de torsión de 1s como máximo. El par debe registrarse con una precisión de  $\pm 0,5\%$  en todo su intervalo. Deberán proveerse tres intervalos para el par: de 0 a 2,5; de 0 a 5 y de 0 N.m a 10 N.m.

### **3.7 Medición de la temperatura**

**3.6.3** El sistema de medición de la temperatura debe tener una precisión de  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ . Para el control de la temperatura, deben utilizarse termopares calibrados, o cualquier otro tipo de sensores apropiados, insertados en las dos matrices que formen la cámara.

**3.6.4** Las matrices se deben montar en platos de aluminio calentados eléctricamente. Deben utilizarse medios para controlar la temperatura de cada plato con una tolerancia de  $\pm 0,3^\circ\text{C}$ , después de estabilizarse. Cuando se fija la temperatura de las matrices a  $150^\circ\text{C} \pm 0,3^\circ\text{C}$ , la conductividad térmica debe ser suficiente para restablecer la temperatura inicial, con una aproximación de  $1,0^\circ\text{C}$ , 2 minutos después de haber introducido en la cámara la probeta a  $23^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ .

## **4 Calibración del transductor del par de torsión y del registrador**

**4.1** Se deben disponer de medios para la verificación electrónica del registrador y del transductor. Una manera es la calibración por medio de un reostato incorporado en el circuito del par, que simule la aplicación de un par de valor especificado.

**4.2** El sistema de medición del par debe calibrarse por medio de masas o por un sistema convencional, como por ejemplo, un resorte de torsión calibrado.

**4.3** Para poder detectar diferencias entre reómetros o cambios con el uso determinado, es útil ensayar mezclas patrones. Dichas mezclas deben tener un módulo de cizallamiento igual o mayor que las mezclas de producción objeto de ensayo y deben ser homogéneas y estables durante va-

rias semanas. Haciéndose varios ensayos en reómetros calibrados en buenas condiciones, se debe establecer una curva media para cada mezcla patrón, pudiendo compensarse pequeños cambios con el uso o pequeñas diferencias entre reómetros con pequeños ajustes en el control de regulación del campo del par, para conseguir que los ensayos sobre la mezcla patrón concuerden con la curva establecida. Si se observaran grandes desviaciones, no debe usarse el ajuste de control de campo del par de corrección, sino que debe determinarse la causa de esta gran desviación y realizarse las necesarias reparaciones en el aparato.

## 5 Probeta

**5.1** Para cada ensayo debe utilizarse una probeta de aproximadamente 30 mm de diámetro y de 12,5 mm de espesor o de volumen equivalente. Preferiblemente, se debe extraer por corte a partir de una muestra de la mezcla previamente laminada, que debe estar libre de burbujas. Se considera óptimo un volumen total de 8 cm<sup>3</sup>.

**NOTA:** En la práctica se debe obtener la probeta de tamaño óptimo tomando la masa de mezcla que ocupe el volumen óptimo.

**5.2** Se debe tener la seguridad de que el tamaño de la probeta es el apropiado, cuando al cerrar la cámara salga una pequeña cantidad de mezcla entre los bordes de las matrices. El sobredimensionamiento de las probetas enfría excesivamente la cavidad durante la primera parte del ciclo e invalida el ensayo.

## 6 Temperatura de ensayo

Las temperaturas recomendadas son las comprendidas en el intervalo 100°C a 200°C, pudiendo utilizarse otras si fuera necesario. La tolerancia para dichas temperaturas será de  $\pm 0,3^\circ\text{C}$ .

## 7 Procedimiento operatorio

### 7.1 Preparación

Se calientan las matrices hasta la temperatura de ensayo, con el rotor en su posición y con la cámara cerrada. Se ajusta el marcador del registrador a la línea cero en las escalas de par y de tiempo sobre el registro. Se calibra el registrador si es necesario (véase apartado 4.1), y se selecciona el intervalo correcto para el par.

### 7.2 Carga del reómetro

**7.2.1** Se abre la cámara, y se coloca la probeta sobre el disco volviendo a cerrar en un tiempo máximo de 5 s.

Cuando se ensayan materiales pegajosos, se puede insertar una lámina delgada de material apropiado, por debajo del rotor y por encima de la probeta, para evitar la adherencia de la mezcla a las matrices.

**7.2.2** Debe comenzarse a contar el tiempo a partir del momento en que se cierre la cámara. El disco puede estar oscilando en el instante cero o comenzar no más tarde de 1 min después del cierre de la cámara.

**7.2.3** Es posible que se adhieran restos de la mezcla ensayada sobre el disco y las matrices, lo que puede afectar a los valores finales del par. Para detectar esta incidencia se sugiere que se ensayen diariamente mezclas estables. Si se produjese la contaminación, puede eliminarse con un chorreado muy ligero con un abrasivo suave, debiendo tenerse sumo cuidado en esta operación para mantener la agudeza de los bordes dentados y para no modificar las dimensiones. Una limpieza con ultrasonidos o un lavado con disolventes calientes o con soluciones no corrosivas pueden también eliminar estos depósitos. Si se produce este lavado, las dos primeras series de resultados no deberán ser tenidas en cuenta.

## 8 Expresión de los resultados

Se deben tomar los siguientes valores de la curva de vulcanización, cuando sea aplicable:

### 8.1 Valores del par de torsión

$M_L$  – par mínimo, expresado en N.m

$M_{HF}$  – par de “plateau”, expresado en N.m

$M_{HR}$  – par máximo (curva con reversión), en N.m

$M_H$  – par máximo, expresado en N.m, encontrado en una curva en la que no se aprecia “plateau” ni aparece reversión, después de un intervalo de tiempo prefijado

### 8.2 Valores de tiempo

$t_{sx}$  – tiempo, expresado en minutos, para aumentar el par torsor “x” unidades sobre  $M_L$

$t_c(y)$  – tiempo de vulcanización, expresado en minutos, para llegar a “y” % del par máximo

$t'_c(y)$  – tiempo de vulcanización, expresado en minutos, para incrementar el par desde  $M_L$  hasta  $M_L + (y/100) \times (M_H - M_L)$

### 8.3 Tiempos a diferentes porcentajes de cura

A menos que se especifique otra cosa, se recomienda el uso de los siguientes parámetros específicos:

$t_{s1}$  – tiempo, expresado en minutos, para aumentar el par 0,1 N.m sobre  $M_L$

$t'_c(50)$  – tiempo, expresado en minutos, para alcanzar un par igual a  $M_L + 0,5 \times (M_H - M_L)$

$t'_c(90)$  – tiempo, expresado en minutos, para alcanzar un par igual a  $M_L + 0,9 \times (M_H - M_L)$

Si se utiliza una amplitud de 3° en lugar de la especificada, 1°, debe usarse  $t_{s2}$  en lugar de  $t_{s1}$  (tiempo para alcanzar un par igual a  $M_L + 0,2N.m$ )

**8.4 Índice de velocidad de vulcanización** -  $100/(t_c(y) - t_{sx})$ , parámetro proporcional a la pendiente media de la curva de vulcanización en la región ascendente.

## 9 Informe

El informe debe incluir la siguiente información:

a) Detalles de la muestra:

- 1) completa descripción de la muestra y su origen;
- 2) detalles de la mezcla de caucho.

b) Método de ensayo y detalles de la prueba:

- 1) una referencia a esta norma internacional;
- 2) detalles del reómetro usado;
- 3) dimensiones de la cavidad;
- 4) Amplitud de la oscilación, expresada como la mitad del desplazamiento total, por ejemplo 1° para un desplazamiento total de 2°;
- 5) Frecuencia de la oscilación, expresada en hercios (Hz). Si este no es el valor preferido (véase 3.5);
- 6) Intervalo del par de torsión seleccionado, expresado en newton.metro (N.m);
- 7) Velocidad del registrador: minutos para una escala completa;
- 8) Tiempo de precalentamiento, si existe, expresado en minutos.
- 9) Temperatura de ensayo, expresada en grados Celsius

c) Los resultados del ensayo leídos de la curva de vulcanización:

$M_L$  – par mínimo, expresado en N.m

$M_{HF}$  – par de “plateau”, expresado en N.m; o

$M_{HR}$  – par máximo, en N.m; o

$M_H$  – valor del par mas alto alcanzado, expresado en N.m, en el caso de un incremento estable;

$t_{sx}$  – tiempo de prevulcanización, expresado en minutos, (tiempo para el aumento de  $x$  décimas de unidad del par de torsión a partir de  $M_L$ )

$t_c(y)$  – tiempo de vulcanización, expresado en minutos

d) fecha de la prueba.



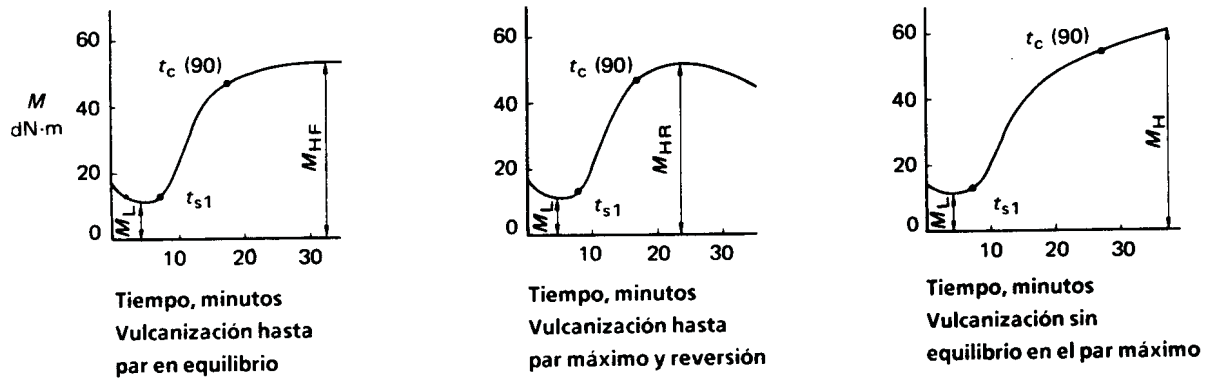


Fig. 1 – Detalle de curvas de vulcanización

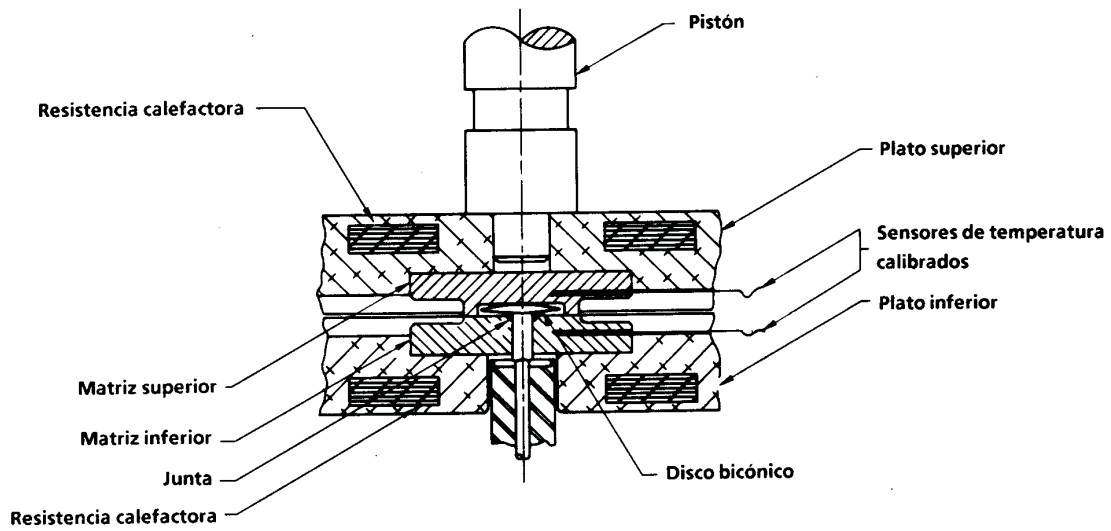


Fig. 2 – Conjunto del reómetro

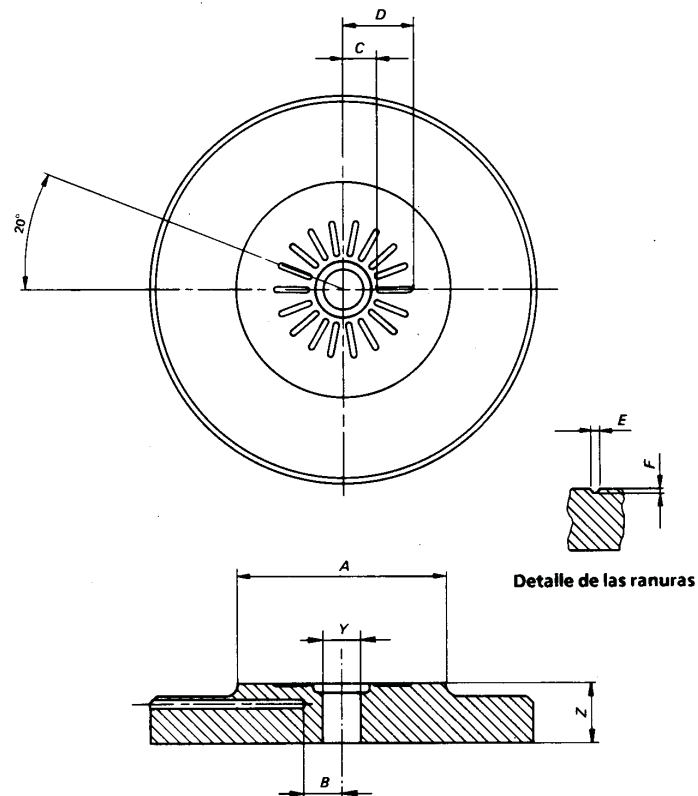


Tabla 1  
Dimensiones de la matriz inferior

Cota	Dimensión mm	Tolerancia mm
A	55,9	$\pm 0,2$
B	10,6	$\pm 0,3$
C	8,0	$\pm 0,2$
D	18,3	$\pm 0,2$
E	1,6	$\pm 0,2$
F	0,8	$\pm 0,1$
Y	10,03	$\pm 0,03$
Z	16,4	$\pm 0,2$

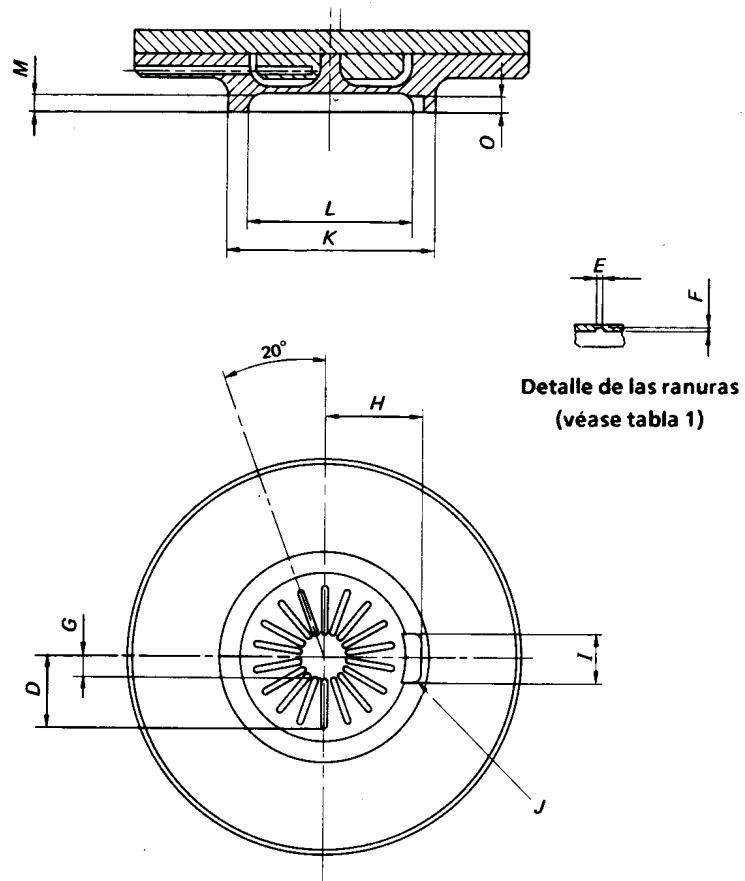


Fig. 4 – Matriz superior

Tabla 2  
Dimensiones de la matriz superior

Cota	Dimensión mm	Tolerancia mm
G	4,8	± 0,2
H	24,1	± 0,1
I	12,7	± 0,4
J	2,4	± 0,4
K	54,6	± 0,2
L	41,9	± 0,1
M	5,35	± 0,01
O	4,6	± 0,2

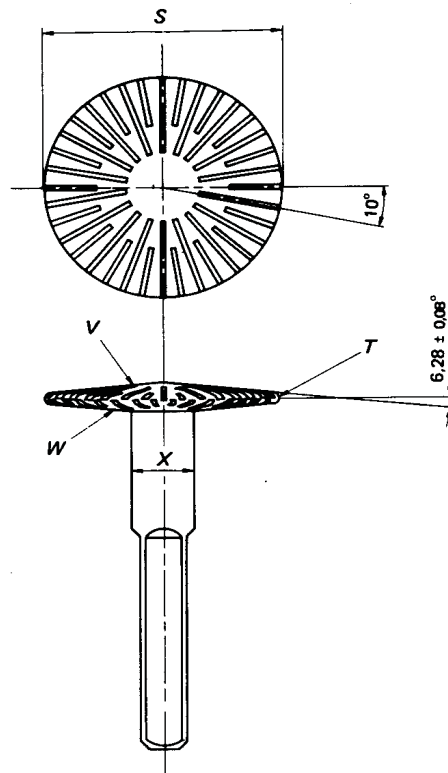


Fig. 5 – Disco bicónico

Tabla 3  
Dimensiones del disco

Cota	Dimensión mm	Tolerancia mm	
S	Diámetro	35,55	± 0,01
T	Radio	0,80	± 0,03
V <sup>1)</sup>	Anchura de las ranuras	0,80	± 0,05
	Profundidad de la ranura	0,8	± 0,1
	Longitud de las ranuras	7,5 mín. 12,5 mín.	
W <sup>1)</sup>	Anchura de la ranura	0,80	± 0,05
	Profundidad de la ranura	0,8	± 0,1
	Longitud de las ranuras	7,5 mín. 9,5 mín.	
X	Diámetro	9,51	± 0,01
	Longitud de la parte cilíndrica del eje del disco	20,0	± 0,5
	Longitud de la parte prismática del eje del disco	35,0	± 0,5

1) Las ranuras de las superficies superior e inferior deben estar desplazadas 5°.