
Norme internationale



6502

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor

Rubber — Measurement of vulcanization characteristics with rotorless curemeters

Première édition — 1983-12-15

CDU 678.4 : 678.028.35

Réf. n° : ISO 6502-1983 (F)

Descripteurs : caoutchouc, mesurage, caractéristique, vulcanisation, essai de vulcanisation.

Prix basé sur 8 pages

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 6502 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Pologne
Allemagne, R. F.	Inde	Roumanie
Autriche	Indonésie	Sri Lanka
Belgique	Italie	Suède
Chine	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Turquie
Danemark	Nigeria	URSS
Espagne	Pays-Bas	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

France
USA

Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de caractéristiques de vulcanisation choisies des mélanges de caoutchouc, à l'aide de rhéomètres à cisaillement linéaire et à cisaillement en torsion, sans rotor. Les deux types d'appareils peuvent ne pas donner les mêmes résultats.

NOTE — Une autre méthode de détermination des caractéristiques de vulcanisation, qui utilise un rhéomètre à disque oscillant, est spécifiée dans l'ISO 3417, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant*. Les avantages des rhéomètres sans rotor sont que la température spécifiée est atteinte plus rapidement après insertion de l'éprouvette dans la cavité de la chambre, et qu'il y a une meilleure répartition de la température dans l'éprouvette.

Une méthode permettant d'obtenir des résultats, relatifs aux caractéristiques de vulcanisation, comparables avec les rhéomètres à disque oscillant et les rhéomètres sans rotor est décrite dans la note de 3.6.1.

2 Principe

2.1 Une éprouvette de caoutchouc est placée dans une chambre presque fermée, où elle est maintenue à une température élevée. La chambre est formée de deux demi-chambres, l'une étant soumise à des oscillations de faible amplitude linéaires ou rotatives. Cette action produit dans l'éprouvette une déformation sinusoïdale alternative, linéaire ou en torsion, et une force ou un couple de cisaillement sinusoïdal qui dépend de la rigidité (module de cisaillement) du mélange de caoutchouc. La courbe enveloppe, c'est-à-dire l'amplitude de la force ou du couple oscillant(e), est enregistrée graphiquement et automatiquement en fonction du temps (voir figure 1).

2.2 La rigidité de l'éprouvette de caoutchouc augmente à mesure que se fait la vulcanisation. La courbe est complète lorsque la force ou le couple enregistré(e) atteint soit une valeur d'équilibre, soit une valeur maximale [voir figure 1 a)]. Le temps nécessaire à l'obtention d'une courbe de vulcanisation est fonction de la température d'essai et des caractéristiques du mélange de caoutchouc.

2.3 On peut déduire les mesures suivantes de la courbe représentant la force ou le couple en fonction du temps, c'est-à-dire $F = f(t)$ [voir figure 1 b)] :

F_L : force ou couple maximal(e);

t_{sx} : temps correspondant au début de vulcanisation [temps de grillage (voir 6.2)];

t_y : temps correspondant à un certain pourcentage, y , de la vulcanisation complète;

F_t : valeur intermédiaire de la force ou du couple après un temps spécifié t ;

F_{max} : force ou couple maximal(e), palier ou valeur la plus élevée atteinte après un temps spécifié, t_e .

La force ou le couple maximal(e), F_L , d'une courbe de vulcanisation caractérise la rigidité de l'éprouvette à une température de vulcanisation spécifiée. Le temps de grillage, t_{sx} , est une mesure de la sécurité de mise en œuvre du mélange. Les temps t_y et les forces ou couples correspondant(e)s donnent des indications sur la marche de la vulcanisation. La force ou le couple maximal(e), F_{max} , de la courbe de vulcanisation est une mesure de la rigidité du caoutchouc vulcanisé à la température d'essai.

3 Appareillage

Deux types de rhéomètres sans rotor peuvent être utilisés.

Le premier type d'appareil mesure la force produite par une déformation linéaire d'amplitude constante [voir figure 2a)], alors que le deuxième type mesure le couple produit par une déformation angulaire d'amplitude constante [voir figure 3a)]. Dans chaque cas, on applique une oscillation de faible amplitude à l'une des deux demi-chambres, la chambre étant presque fermée.

La description et les principales exigences relatives aux rhéomètres sont comme suit.

3.1 Chambre.

La chambre est composée de deux demi-chambres. En position de mesurage, ces deux demi-chambres sont fixées à une distance déterminée l'une de l'autre (voir 3.2) de sorte que la chambre est presque fermée [voir figure 2b) et figure 3b)].

Les dimensions des appareils types sont les suivantes : dans le cas d'un rhéomètre à cisaillement linéaire, un diamètre de 30 mm et une hauteur de 4,0 mm; dans le cas d'un rhéomètre à cisaillement en torsion, un diamètre de 40 mm, un angle de 18° et au centre 0,5 mm plus l'écartement des demi-chambres [voir 3.2 et figure 2 b) ou 3 b)].

3.2 Fermeture de la chambre.

La chambre doit être presque fermée pendant l'essai par un mécanisme capable d'exercer une force d'au moins 8 000 N. L'écartement des deux demi-chambres en position fermée doit être de 0,05 à 0,2 mm et, de préférence, de 0,1 mm.

3.3 Système oscillant de la chambre.

Le système oscillant comporte une commande par excentrique rigide, qui transmet un mouvement oscillant linéaire ou de torsion à l'une des demi-chambres, dans le plan de la cavité.

L'amplitude de cette oscillation devrait être de

$\pm 0,01$ à $\pm 0,1$ mm, de préférence 0,05 mm;

ou

$\pm 0,1$ à $\pm 2^\circ$, de préférence $0,5^\circ$.

La fréquence devrait être comprise entre 0,05 et 2 Hz et, de préférence, doit être égale à $1,7 \pm 0,1$ Hz.

3.4 Système de mesurage de la force (ou du couple).

3.4.1 Mesurage

Un système de mesurage de la force (ou du couple) doit mesurer la force (ou le couple) de cisaillement. Il doit être couplé de manière rigide à l'une des demi-chambres et toute déformation doit être suffisamment faible pour être négligeable et produire un signal proportionnel à la force (ou au couple).

NOTE — La déformation élastique du système d'oscillation et de mesurage ne devrait pas dépasser 1 % de l'amplitude d'oscillation; sinon, il est nécessaire de corriger les courbes rhéométriques.

L'erreur totale résultant de l'erreur sur le zéro, de l'erreur sur la sensibilité, des erreurs sur la linéarité et la reproductibilité ne doit pas dépasser 1 % de l'intervalle de mesurage choisi.

3.4.2 Enregistrement

Un enregistreur doit être utilisé pour enregistrer le signal donné par le dispositif de mesurage de la force (ou du couple). Il doit enregistrer l'enveloppe [voir figures 1 a) et 1 b)] et doit avoir un temps de réponse pour la totalité de l'échelle de déflexion du couple égale ou inférieure à 1 s. La force (ou le couple) doit être enregistré(e) avec une précision de $\pm 0,5$ %.

3.5 Dispositif d'étalonnage.

Un dispositif d'étalonnage est nécessaire pour mesurer l'amplitude linéaire ou angulaire et pour étalonner le dispositif de mesurage de la force (ou du couple). Des exemples de dispositifs d'étalonnage sont représentés schématiquement aux figures 4 et 5.

Pour vérifier l'amplitude d'oscillation du dispositif, ce dernier doit être branché à vide. Un capteur de déplacement doit être utilisé pour mesurer l'amplitude, qui doit être dans les limites de tolérance données en 3.3.

Pour étalonner les rhéomètres linéaires, le capteur de déplacement doit être couplé par contact direct avec l'une des demi-chambres ou le bloc qui y est directement fixé (voir figure 4). Pour étalonner les rhéomètres à cisaillement en torsion, l'accouplement doit être effectué par un appui à couteau en contact avec une tige fixée à l'une des demi-chambres (voir figure 5).

Le système de mesurage de la force (ou du couple) doit être contrôlé à l'aide de poids, en utilisant un poids correspondant à la totalité de l'échelle de déflexion.

Le couple du rhéomètre à cisaillement en torsion doit être calculé en multipliant la force F par la longueur du bras de levier (voir figure 5). L'écart sur la totalité de l'échelle de déflexion doit être inférieur à 0,5 % (voir 3.4.2).

3.6 Régulation du chauffage et de la température.

La méthode de régulation de la température doit garantir les paramètres opératoires suivants, nécessaires à l'obtention de mesures reproductibles de la courbe de vulcanisation : temps de chauffage, température de vulcanisation, répartition de la température et température de référence.

Les instruments utilisés pour réguler la température doivent permettre de faire varier la température de référence (voir 3.6.4) entre 100 et 200 °C, avec une précision de 0,3 °C au moins.

3.6.1 Temps de chauffage

L'appareil doit être capable de porter l'éprouvette à la température de vulcanisation spécifiée en moins de 1,5 min après la fermeture de la chambre.

NOTE — Pour obtenir des résultats relatifs aux caractéristiques de vulcanisation comparables à ceux que donne le rhéomètre à disque oscillant (voir ISO 3417), l'appareil de chauffage du rhéomètre sans rotor doit être réglé de manière à porter l'éprouvette à la température spécifiée en 6 min. On a ainsi obtenu des résultats comparables avec des mélanges moyennement chargés pour les types de caoutchouc les plus importants.

3.6.2 Température de vulcanisation

La température de vulcanisation est définie comme étant la température moyenne de l'éprouvette. Une fois le temps de chauffage écoulé, cette température doit être maintenue constante avec une précision de $\pm 0,3$ °C.

3.6.3 Répartition de la température dans l'éprouvette

La répartition de la température dans l'éprouvette doit être aussi uniforme que possible.

Dans la zone de déformation, la tolérance sur la température moyenne de l'éprouvette ne doit pas dépasser ± 1 °C.

3.6.4 Température de référence

La température de référence est déterminée par la thermosonde utilisée pour la régulation. La différence entre la température de référence et la température moyenne de l'éprouvette ne doit pas être supérieure à 2 °C.

3.6.5 Mesurage de la température

Le rhéomètre doit être muni d'un dispositif de mesurage de la température, qui permet de déterminer la température de référence avec une précision de $\pm 0,3$ °C. Il doit également y avoir une possibilité d'insérer une thermosonde dans l'éprouvette pour vérifier la répartition de la température.

4 Éprouvette

4.1 Généralités

L'éprouvette doit être homogène et, autant que possible, ne pas contenir de bulles d'air.

4.2 Taille

Le volume recommandé pour la cavité est de 3 à 5 cm³. Des éprouvettes de même volume doivent être utilisées afin d'obtenir des résultats reproductibles des paramètres dépendant de la force ou du couple (F_L , F_t , F_{\max}).

La taille de l'éprouvette doit être un peu supérieure au volume de la cavité et doit être déterminée par des essais préliminaires.

4.3 Préparation

L'éprouvette doit être découpée dans une feuille du matériau à l'aide d'un dispositif approprié, qui assure la production d'éprouvettes de volume constant.

5 Mode opératoire

5.1 Préparation de l'essai

Amener la température des deux demi-chambres à la température de référence, la chambre étant fermée. Ajuster le zéro du système de mesure/d'enregistrement de la force ou du couple.

5.2 Chargement du rhéomètre

Ouvrir la chambre, placer l'éprouvette dans la cavité et fermer la chambre en moins de 5 s.

Le temps doit être compté à partir du moment où la chambre est fermée. Faire démarrer l'oscillation de la demi-chambre mobile au temps zéro ou avant.

5.3 Nombre d'essais

On enregistre habituellement une courbe de vulcanisation par mélange d'essai.

6 Expression des résultats

On peut observer trois types de courbes de vulcanisation. La courbe enveloppe peut croître jusqu'à un maximum ou un palier, ou continuer à croître de manière constante pendant très longtemps [voir figure 1a)].

6.1 Valeurs de la force ou du couple

Les valeurs suivantes de la force ou du couple doivent être déduites de la courbe enveloppe :

F_L : minimum de la courbe de vulcanisation;

F_t : force ou couple à un temps spécifié t ;

F_{\max} : maximum ou palier de la force ou du couple de la courbe de vulcanisation, ou bien force ou couple après un temps spécifié dans le cas d'un accroissement constant.

L'équation suivante définit la variable de conversion y :

$$y = \frac{F_t - F_L}{F_{\max} - F_L}$$

avec $y = 1$ indiquant une vulcanisation de 100 %.

6.2 Temps de grillage t_{sx}

Le temps de grillage, t_{sx} , est le temps nécessaire pour que la force ou le couple augmente de x unités à partir de F_L .

6.3 Temps correspondant à différents pourcentages de vulcanisation

Les temps suivants, t_y , peuvent se déduire de la courbe de vulcanisation :

$t_{0,10}$

$t_{0,50}$

$t_{0,90}$

où la variable de conversion y est égale à 0,10 ou 0,50 ou 0,90, respectivement (voir 6.1), et

$t_{0,10}$ est une mesure du démarrage de la vulcanisation;

$t_{0,50}$ est le temps de vulcanisation qui peut être évalué le plus exactement;

$t_{0,90}$ est souvent considéré comme la vulcanisation optimale.

6.4 Réversion

Ceci est une diminution de la valeur maximale de la force ou du couple 2 min après que cette valeur maximale a été atteinte.

7 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit comporter les indications suivantes :

- a) Détails concernant l'échantillon :
 - 1) description complète de l'échantillon et origine de celui-ci;
 - 2) détails concernant le mélange.
- b) Méthode d'essai et détails concernant l'essai :
 - 1) référence de la présente Norme internationale;
 - 2) type de rhéomètre utilisé (rhéomètre à cisaillement linéaire ou en torsion);

- 3) dimensions de la chambre;
- 4) distance, en millimètres, entre les demi-chambres, s'il ne s'agit pas de la valeur préférentielle (voir 3.2);
- 5) amplitude d'oscillation, en millimètres ou en degrés, s'il ne s'agit pas de la valeur préférentielle (voir 3.3);
- 6) fréquence d'oscillation, en hertz, s'il ne s'agit pas de la valeur préférentielle (voir 3.3);
- 7) intervalle de force ou de couple choisi, en newtons ou en newtons mètres;
- 8) vitesse de déroulement du papier de l'enregistreur, en millimètres par minute;
- 9) temps de chauffage, en minutes;
- 10) température de vulcanisation, en degrés Celsius.

c) Résultats d'essai lus sur la courbe de vulcanisation :

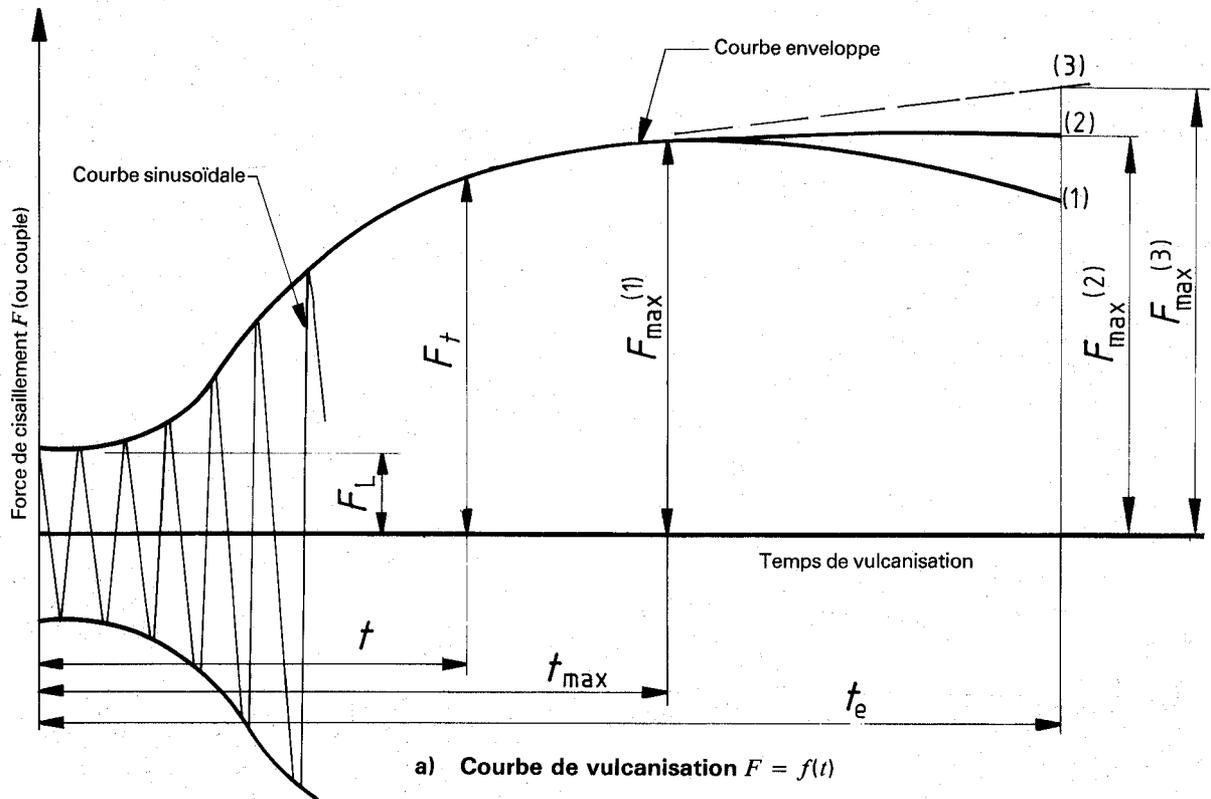
F_L : force ou couple minimal(e), en newtons ou en newtons mètres;

F_{max} : force ou couple maximal(e), en newtons ou en newtons mètres (ou valeurs du palier, ou valeur après un temps spécifié dans le cas d'un accroissement constant);

t_{sx} : temps de grillage, en minutes (temps correspondant à un accroissement de x unités de la force ou du couple à partir de F_L);

t_y : temps de vulcanisation, en minutes, si la variable de conversion, y , a atteint une valeur spécifiée (de préférence $y = 0,10$ ou $0,50$ ou $0,90$).

d) Date de l'essai.



- (1) Courbe de vulcanisation admettant un maximum, $F_{\max}^{(1)}$ au temps t_{\max}
- (2) Courbe de vulcanisation admettant un palier, $F_{\max}^{(2)}$
- (3) Courbe de vulcanisation avec accroissement constant, $F_{\max}^{(3)}$ au temps t_e à la fin de l'essai

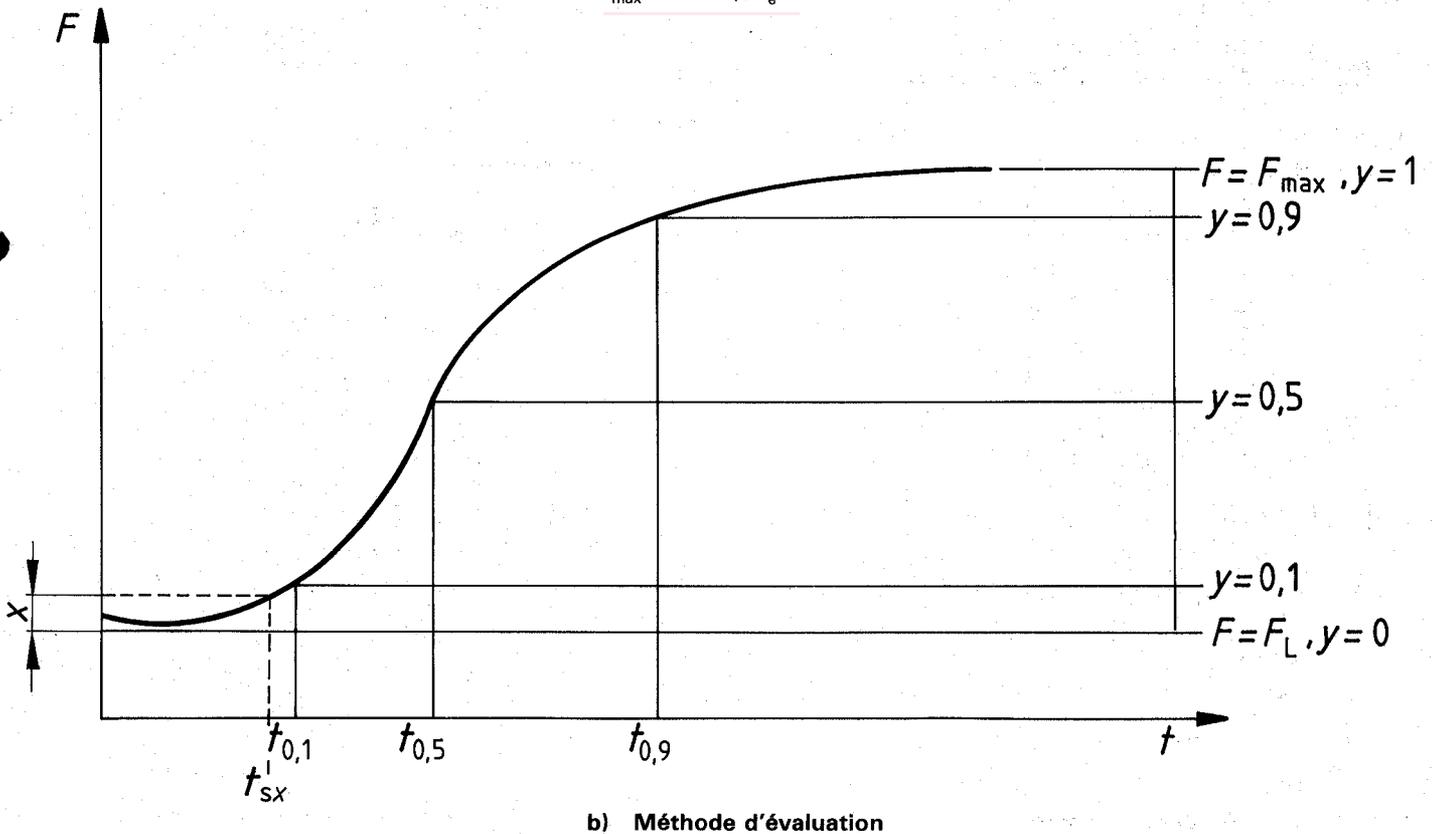
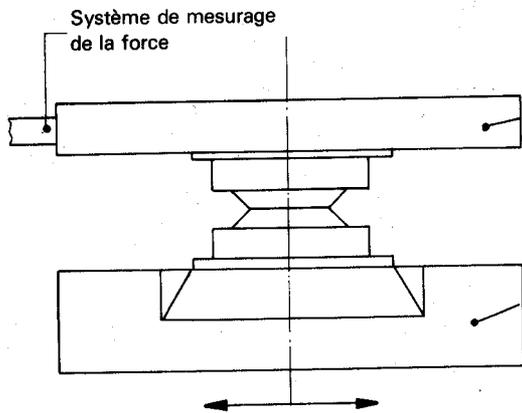
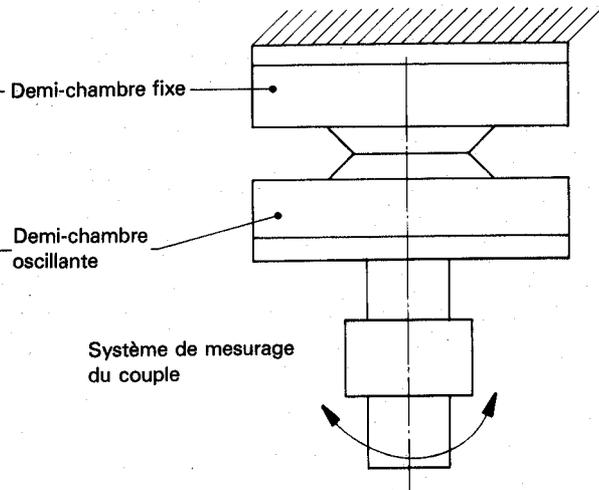


Figure 1 — Courbe type de vulcanisation et méthode d'évaluation

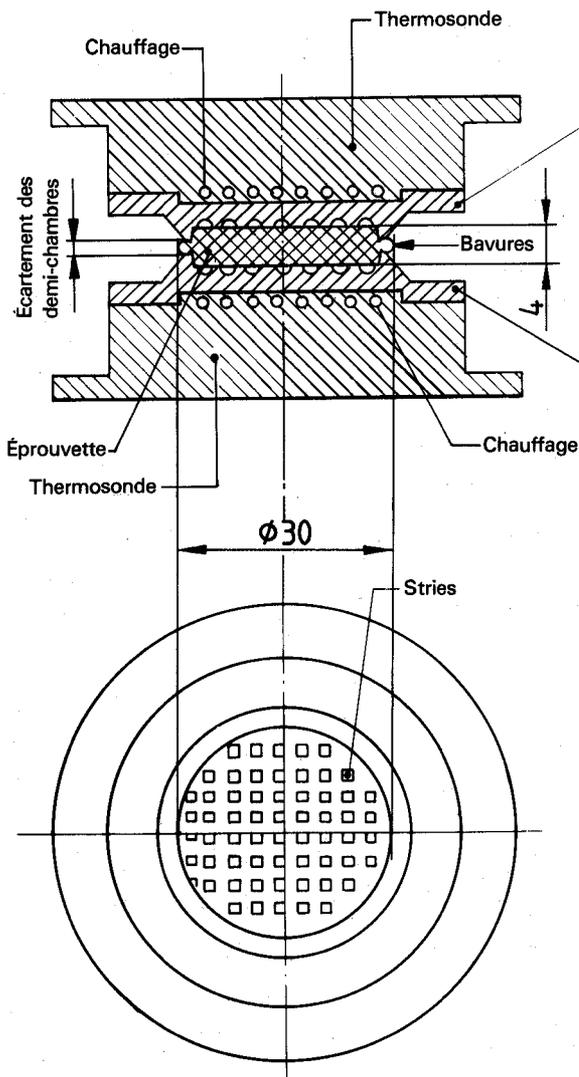
Dimensions en millimètres



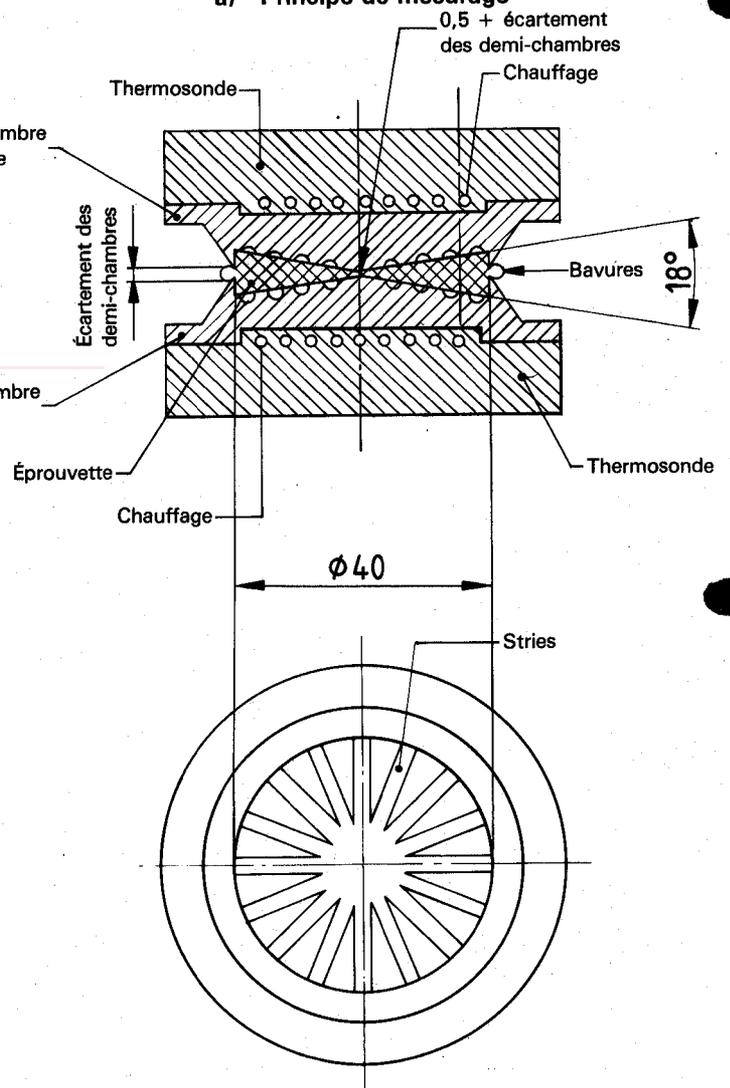
a) Principe de mesurage



a) Principe de mesurage



b) Demi-chambre



b) Demi-chambre

Figure 2 — Rhéomètre type à cisaillement linéaire

Figure 3 — Rhéomètre type à cisaillement en torsion

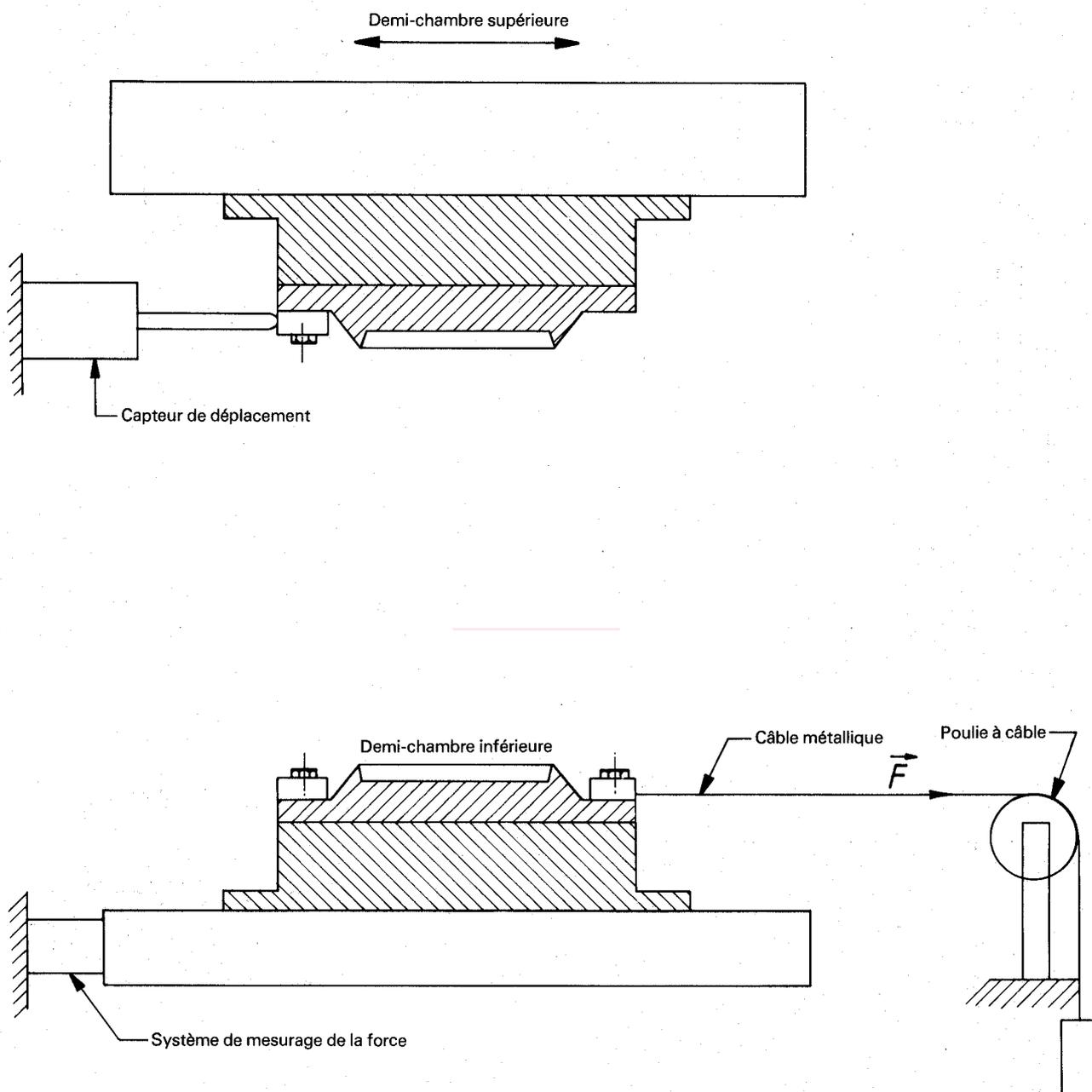


Figure 4 — Dispositif d'étalonnage pour le rhéomètre à cisaillement linéaire

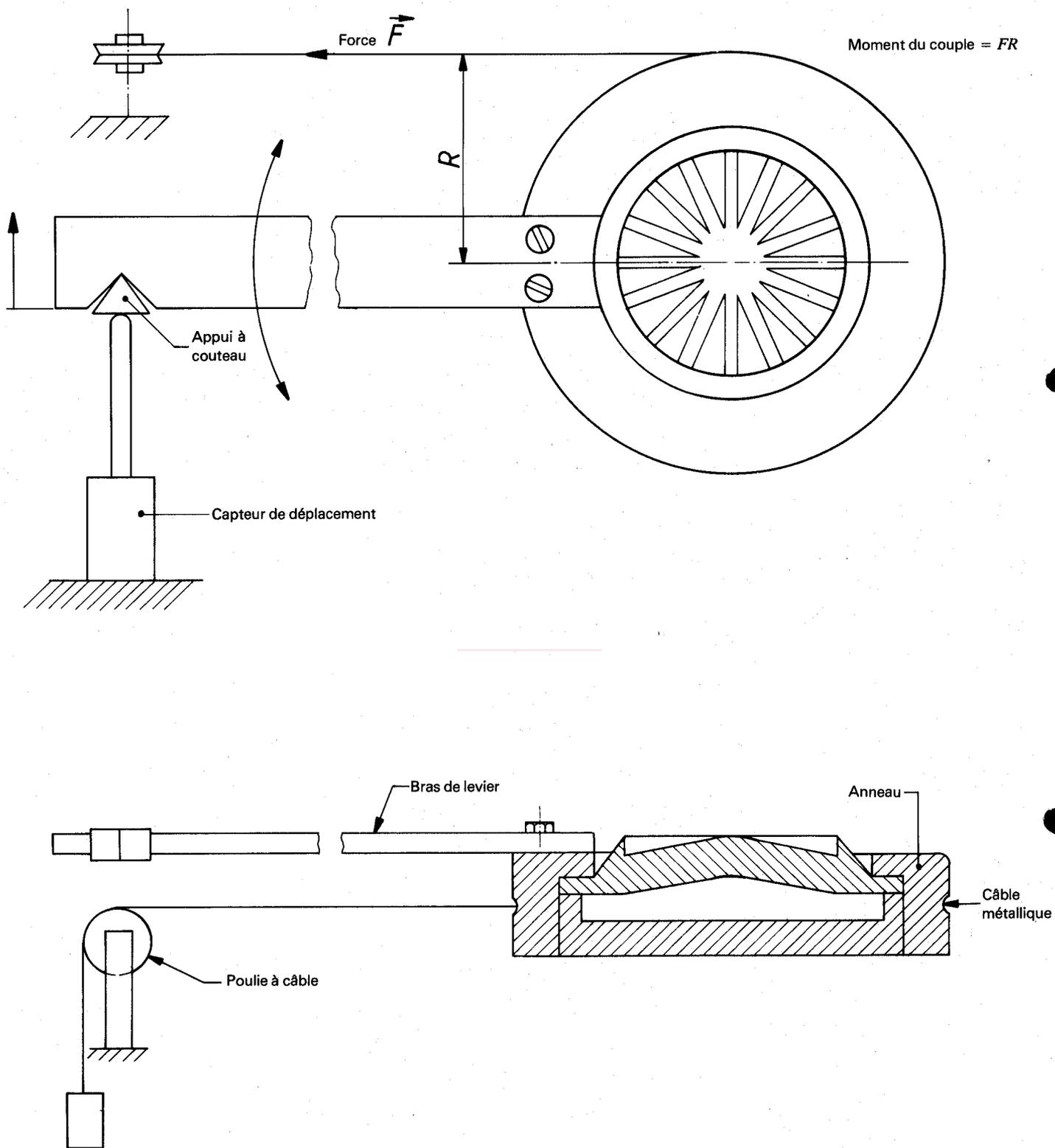


Figure 5 — Dispositif d'étalonnage pour le rhéomètre à cisaillement en torsion