

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6502

Deuxième édition
1991-05-15

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

iTeh STANDARD PREVIEW

*Rubber — Measurement of vulcanization characteristics with rotorless
curemeters*

ISO 6502:1991

[https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/ff1a29c8-4927-40a1-b768-
ccb7acc6b3b6/iso-6502-1991](https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/ff1a29c8-4927-40a1-b768-ccb7acc6b3b6/iso-6502-1991)



Numéro de référence
ISO 6502:1991(F)

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6502 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6502:1983), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la 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 1 Une autre méthode de détermination des caractéristiques de vulcanisation, qui utilise un rhéomètre à disque oscillant, est prescrite dans l'ISO 3417:1977, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant*. Les avantages des rhéomètres sans rotor sont que la température prescrite 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 mentionnée en 3.6.1, second alinéa.

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

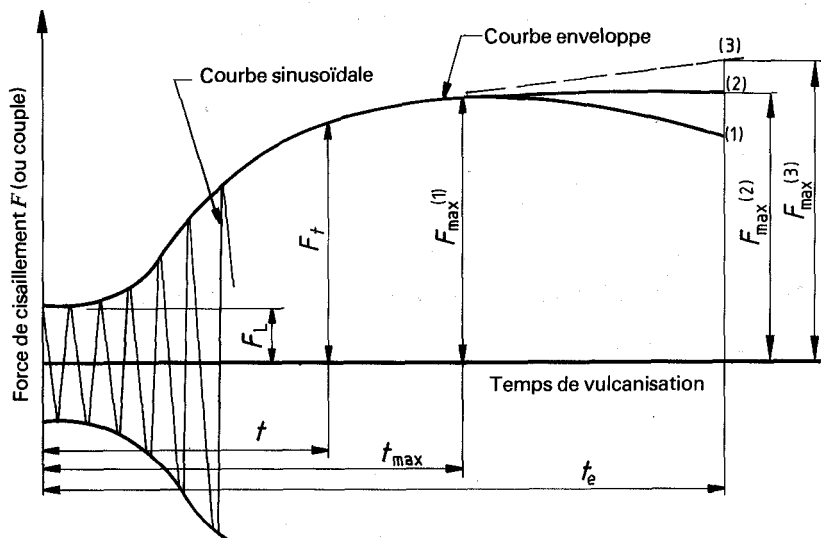
et automatiquement en fonction du temps (voir figure 1).

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 1a)]. 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 1b)]:

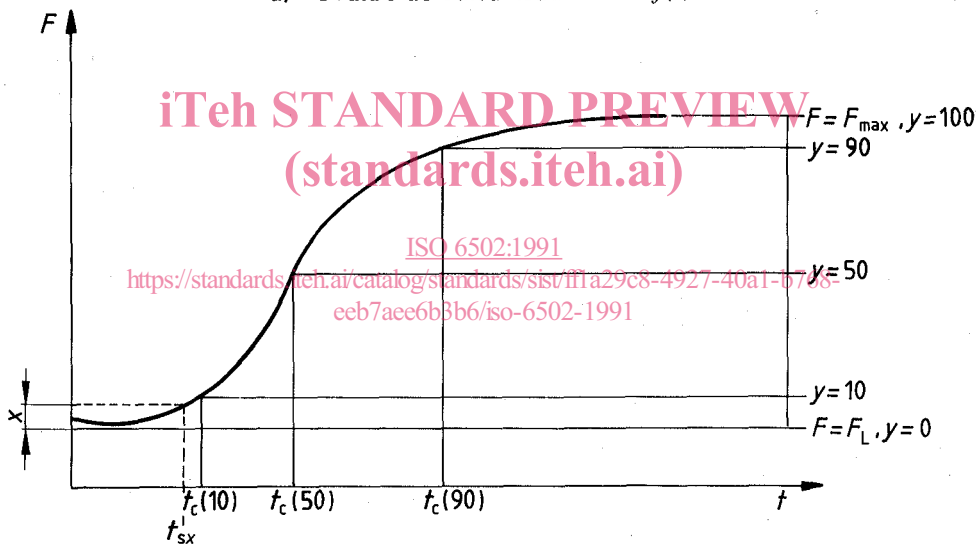
- F_L : force ou couple minimal(e);
- t_{sx} : temps correspondant au début de vulcanisation [temps de grillage (voir 6.2)];
- $t_c(y)$: temps correspondant à un certain pourcentage, y , de la vulcanisation complète;
- F_f : valeur intermédiaire de la force ou du couple après un temps prescrit, t ;
- F_{max} : force ou couple maximal(e), palier ou valeur la plus élevée atteinte après un temps prescrit, t_e .

La force ou le couple minimal(e), F_L , d'une courbe de vulcanisation caractérise la rigidité de l'éprouvette à une température de vulcanisation prescrite. Le temps de grillage, t_{sx} , est une mesure de la sécurité de mise en œuvre du mélange. Les temps $t_c(y)$, 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.



- (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

a) Courbe de vulcanisation $F = f(t)$



b) Méthode d'évaluation

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

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 les suivantes.

3.1 Chambre

La chambre est composée de deux demi-chambres. En position de mesure, 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 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 2b) ou figure 3b)].

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 mm à 0,2 mm, de préférence 0,1 mm.

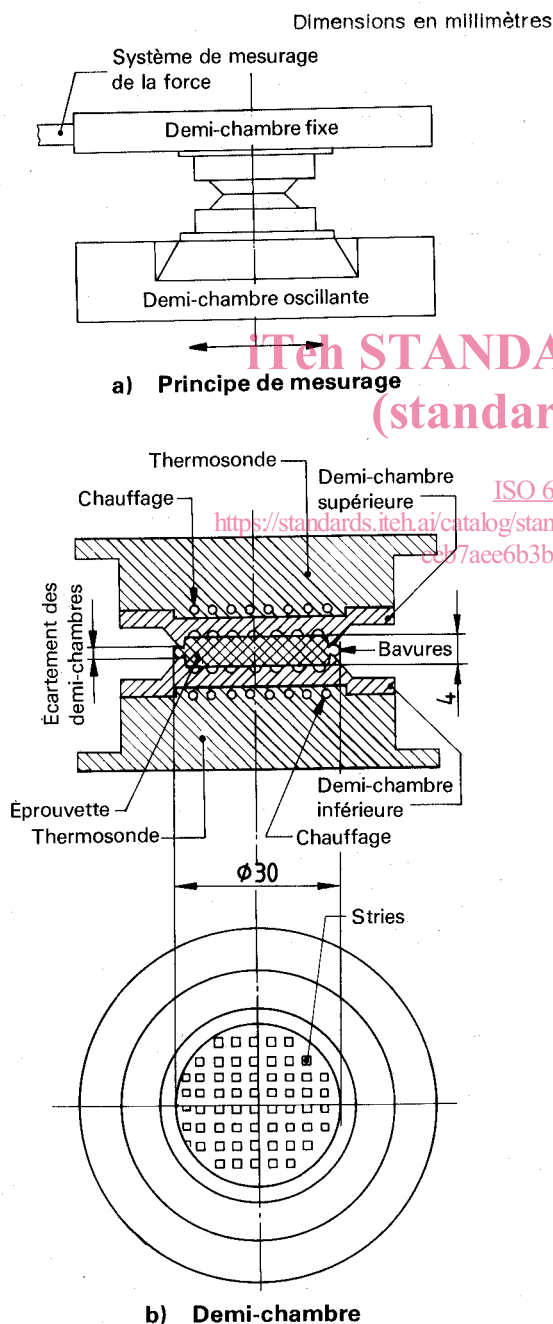


Figure 2 — Rhéomètre type à cisaillement linéaire

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 doit être de

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

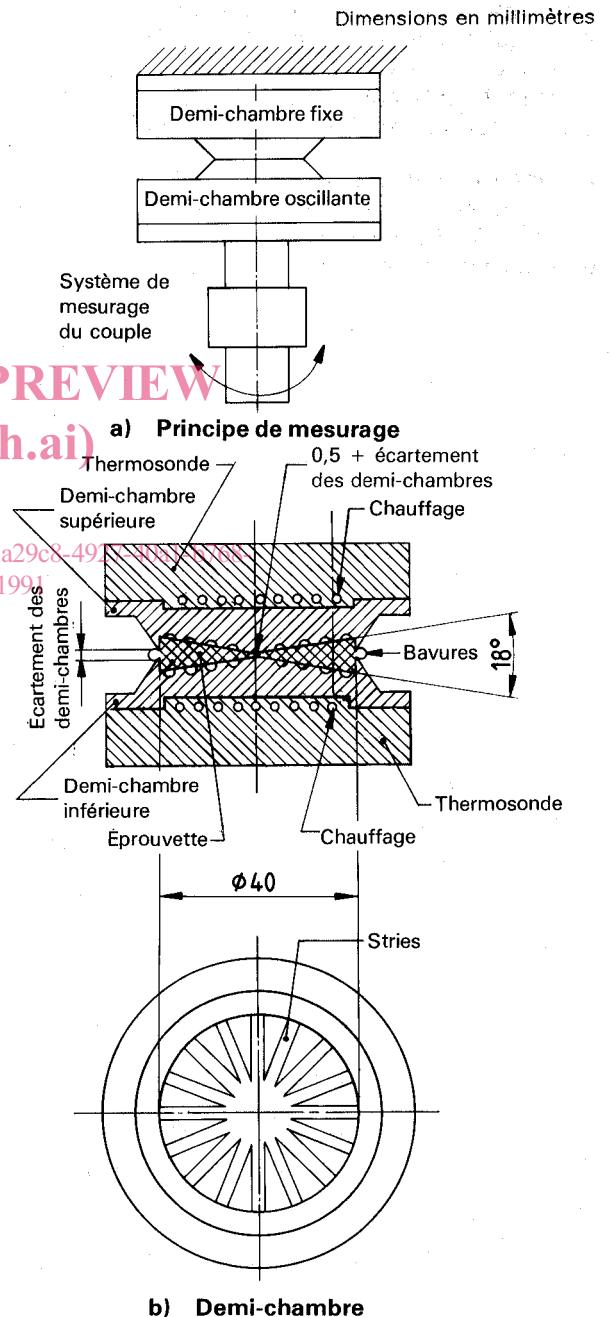


Figure 3 — Rhéomètre type à cisaillement en torsion

ou

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

La fréquence doit être comprise entre 0,05 Hz et 2 Hz, de préférence $1,7 \text{ Hz} \pm 0,1 \text{ Hz}$.

3.4 Système de mesure de la force (ou du couple)

3.4.1 Mesurage

Un dispositif de mesure 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).

La déformation élastique du système d'oscillation et de mesure 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 mesure choisi.

3.4.2 Enregistrement

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

3.5 Dispositif d'étalonnage

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

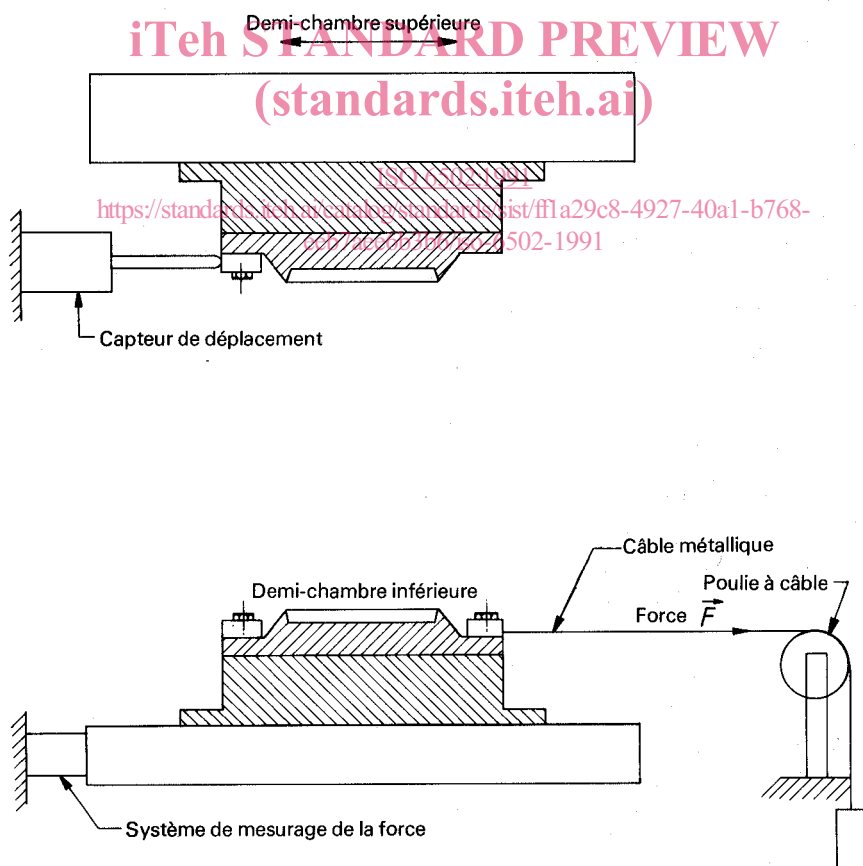


Figure 4 — Dispositif d'étalonnage pour le rhéomètre à cisaillement linéaire

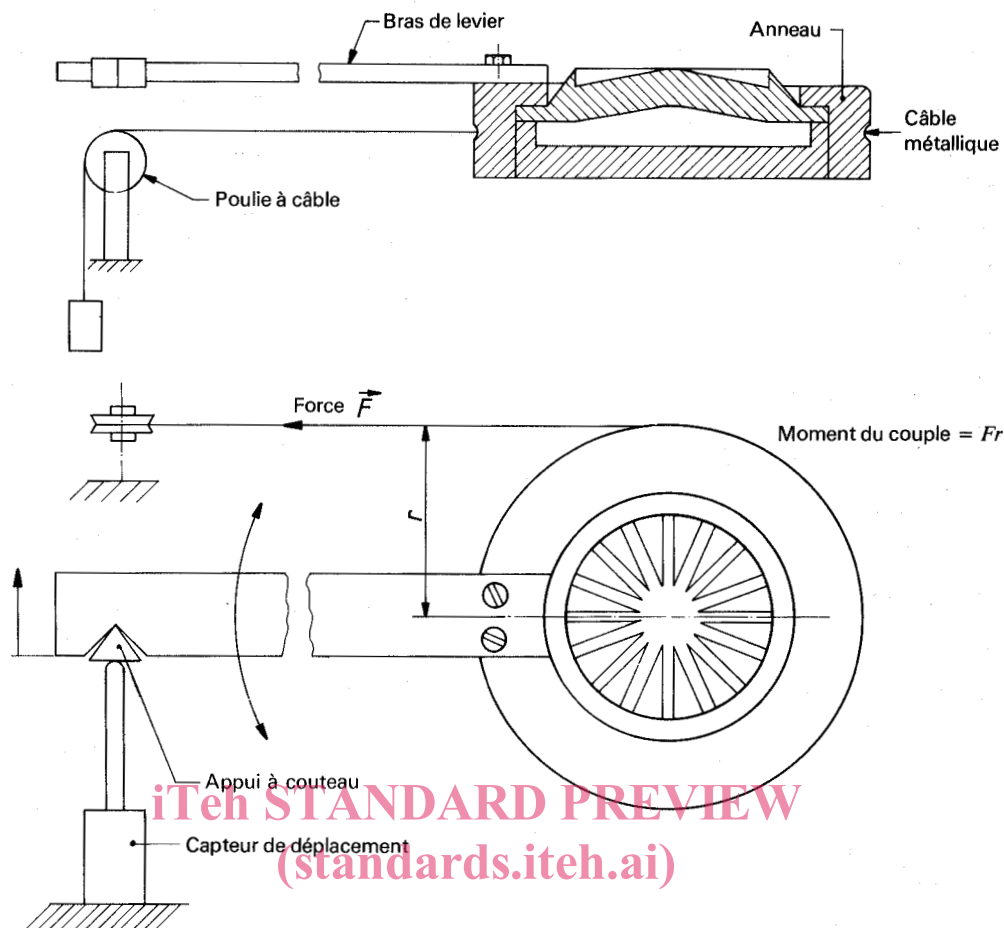


Figure 5 — Dispositif d'étalonnage pour le rhéomètre à cisaillement en torsion

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 prescrites 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 mesure 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 °C et 200 °C, avec une précision de $\pm 0,3$ °C.

3.6.1 Temps de chauffage

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

Pour obtenir des résultats relatifs aux caractéristiques de vulcanisation comparables à ceux que donne le rhéomètre à disque oscillant décrit dans l'ISO 3417, l'appareil de chauffage du rhéomètre sans rotor doit être réglé de manière à porter

l'éprouvette à la température prescrite 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 Volume

Le volume de l'éprouvette doit être un peu supérieur au volume de la cavité et doit être déterminé par des essais préliminaires.

Le volume recommandé pour la cavité est de 3 cm³ 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}).

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 pour l'essai

Amener la température des deux demi-chambres (3.1) à la température de référence, la chambre étant fermée. Ajuster le zéro du système de mesurage/d'enregistrement de la force ou du couple (3.4).

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 de la fermeture de la chambre. 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 prescrit, 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 prescrit dans le cas d'un accroissement constant.

L'équation suivante définit la variable de conversion, y :

$$y = \frac{F_t - F_L}{F_{max} - F_L} \times 100$$

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

6.2 Temps de grillage, t_{sx}

Le temps de grillage, t_{sx} , est le temps nécessaire à l'augmentation de la force ou du couple de x unités au-dessus de F_L .

6.3 Temps correspondant à différents pourcentages de vulcanisation

Les temps suivants, $t_c(y)$, peuvent se déduire de la courbe de vulcanisation:

$t_c(10)$

$t_c(50)$

$t_c(90)$

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

$t_c(10)$ est une mesure du démarrage de la vulcanisation;

$t_c(50)$ est le temps de vulcanisation qui peut être évalué le plus exactement;

$t_c(90)$ 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 aura été atteinte.

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir 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 à 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 valeur du papier, ou valeur après un temps prescrit 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);

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

d) Date de l'essai.