
**Caoutchouc — Guide pour l'emploi
des rhéomètres**

Rubber — Guide to the use of curemeters

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO 6502:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fe7ec37-fbce-4fcc-8d6e-b885e5a05f2f/iso-6502-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fe7ec37-fbce-4fcc-8d6e-b885e5a05f2f/iso-6502-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6502:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fe7ec37-fbce-4fcc-8d6e-b885e5a05f2f/iso-6502-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principes de base	2
5 Types de rhéomètres	4
6 Appareillage	5
6.1 Généralités.....	5
6.2 Chambre.....	5
6.3 Fermeture des chambres.....	5
6.4 Élément mobile.....	6
6.5 Mouvement.....	6
6.6 Mesure de la rigidité.....	6
6.7 Chauffage et contrôle de la température.....	6
6.8 Étalonnage.....	7
7 Éprouvette	7
8 Température de vulcanisation	7
9 Conditionnement	7
10 Mode opératoire	7
10.1 Préparation pour l'essai.....	7
10.2 Chargement du rhéomètre.....	8
11 Expression des résultats	8
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Effet des paramètres thermiques sur les propriétés de vulcanisation mesurées	17
Annexe B (informative) Exigences particulières applicables aux rhéomètres à disque oscillant	20
Annexe C (informative) Exigences particulières applicables aux rhéomètres sans rotor	21
Bibliographie	22

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/11e7cc37-1bce-41cc-8d0c-b885e5a05f2f/iso-6502-2016).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 6502:1999), dont elle constitue une révision mineure. Les références normatives ont été mises à jour.

Introduction

Lors de l'élaboration de la présente Norme internationale, il est apparu qu'un certain nombre de rhéomètres différents étaient disponibles sur le marché, et que des progrès significatifs avaient été réalisés, notamment en ce qui concerne les modèles sans rotor. Plutôt que d'étudier des instruments sans rotor en particulier, ce qui aurait pu limiter les évolutions futures, il a semblé qu'un document plus généraliste s'imposait. Par conséquent, il a été décidé de fournir des lignes directrices ainsi qu'une aide à la conception et à l'emploi des rhéomètres de façon générale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6502:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fe7ec37-fbce-4fcc-8d6e-b885e5a05f2f/iso-6502-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fe7ec37-fbce-4fcc-8d6e-b885e5a05f2f/iso-6502-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6502:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fe7ec37-fbce-4fcc-8d6e-b885e5a05f2f/iso-6502-2016>

Caoutchouc — Guide pour l'emploi des rhéomètres

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fournit des lignes directrices sur la détermination des caractéristiques de vulcanisation des mélanges de caoutchoucs à l'aide de rhéomètres.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1382, *Caoutchouc — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 1382 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

rhéomètre à disque oscillant

ODC

rhéomètre composé d'un disque biconique oscillant situé à l'intérieur d'une chambre à température contrôlée contenant l'éprouvette

Note 1 à l'article: En anglais, les termes «oscillating-disc curemeter (ODC)» et «oscillating disc rheometer (ODR)» peuvent être utilisés.

3.2

rhéomètre sans rotor

RCM

rhéomètre composé de deux chambres formant une chambre à température contrôlée, dont l'une est mobile par rapport à l'autre afin d'appliquer une contrainte ou une déformation à l'éprouvette

Note 1 à l'article: Un rhéomètre sans rotor est également connu sous le nom de rhéomètre à chambre mobile (MDR).

Note 2 à l'article: Les différents types de rhéomètres sans rotor sont répertoriés à l'Article 5 et représentés aux Figures 3 à 7.

3.3

vulcanisation avec module ascendant

type de vulcanisation au cours de laquelle le module n'atteint pas une valeur maximale mais, après une montée rapide, continue à croître lentement à la température de vulcanisation

3.4 caractéristiques de vulcanisation

caractéristiques qui peuvent être extraites d'une courbe de vulcanisation

Note 1 à l'article: Voir [Figure 1](#).

Note 2 à l'article: Des explications complémentaires sont fournies à l'[Article 4](#).

3.5 rigidité

mesure de la résistance offerte par le caoutchouc à la déformation

Note 1 à l'article: La force et le couple n'ont pas été définis car ils ont une signification scientifique unanimement acceptée.

4 Principes de base

Les propriétés d'un mélange de caoutchoucs changent durant la vulcanisation, et il est possible de déterminer les caractéristiques de vulcanisation en mesurant des propriétés en fonction du temps et de la température. Les caractéristiques de vulcanisation sont le plus souvent établies au moyen d'instruments appelés rhéomètres, dans lesquels une déformation ou une contrainte cyclique est appliquée à une éprouvette, et la déformation ou la force correspondante est mesurée. En général, l'essai est réalisé à une température constante prédéterminée, et la mesure de la rigidité est enregistrée de façon continue en fonction du temps.

La rigidité du caoutchouc augmente à mesure que se poursuit la vulcanisation. La vulcanisation est terminée lorsque la rigidité enregistrée atteint une valeur plateau ou atteint une valeur maximale avant de diminuer (voir [Figure 1](#)). Dans ce dernier cas, la diminution de la rigidité est occasionnée par la réversion. Dans les cas où la rigidité enregistrée continue de croître (vulcanisation avec module ascendant), on considère que la vulcanisation est terminée après un intervalle de temps donné. Le temps nécessaire à l'obtention d'une courbe de vulcanisation est fonction de la température d'essai et des caractéristiques du mélange de caoutchoucs. Des courbes analogues à celles de la [Figure 1](#) sont obtenues avec un rhéomètre dans lequel est mesurée la déformation.

Les caractéristiques de vulcanisation suivantes peuvent être obtenues à partir de la courbe de la mesure de la rigidité en fonction du temps ([Figure 1](#)):

Force ou couple minimal(e)	F_L ou M_L
Force ou couple à un instant donné t	F_t ou M_t
Temps de grillage (temps nécessaire pour obtenir une amorce de vulcanisation)	t_{sx}
Temps nécessaire pour obtenir un pourcentage y d'une vulcanisation complète à partir de la force ou du couple minimal(e)	$t'_c(y)$
Force ou couple plateau	F_{HF} ou M_{HF}
Force ou couple maximal(e) (vulcanisation avec réversion)	F_{HR} ou M_{HR}
Valeur de force ou de couple atteinte après un intervalle de temps donné (vulcanisation avec module ascendant)	F_H ou M_H

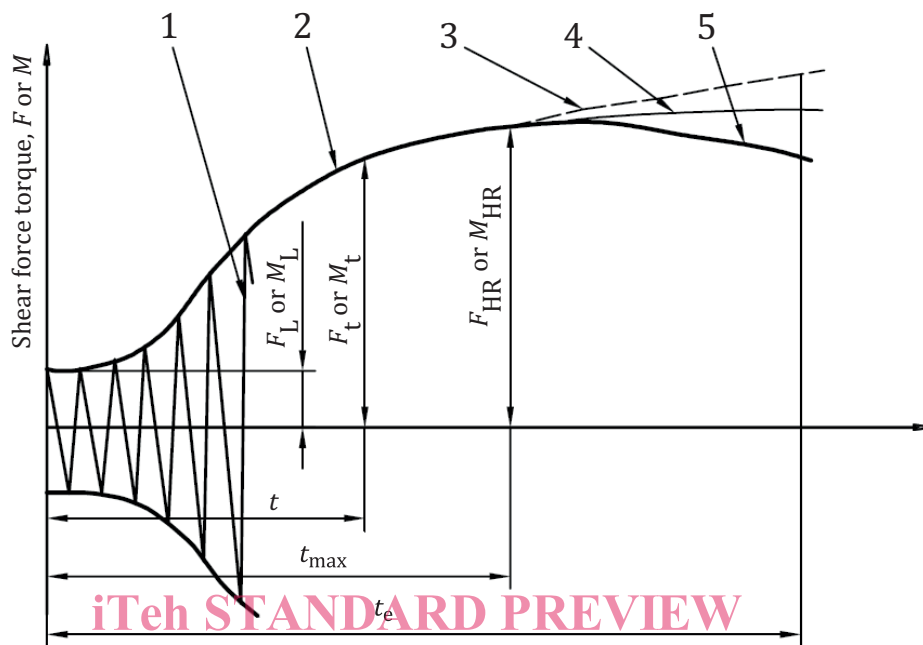
La force ou le couple minimal(e) F_L ou M_L caractérise la rigidité du mélange non vulcanisé à la température de vulcanisation.

Le temps de grillage (temps nécessaire pour obtenir une amorce de vulcanisation) t_{sx} est une mesure de la sécurité de mise en œuvre du mélange.

Le temps $t'_c(y)$ et les forces ou couples correspondant(e)s fournissent des informations sur le déroulement de la vulcanisation. Le temps de vulcanisation optimal correspond souvent à $t'_c(90)$.

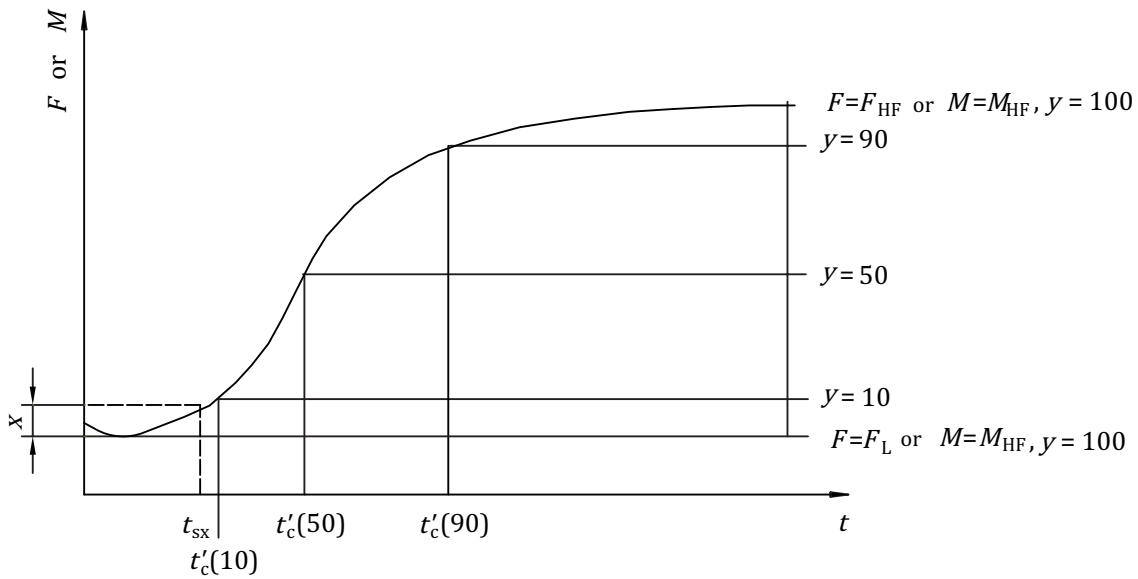
La force ou le couple maximal(e) est une mesure de la rigidité du caoutchouc vulcanisé à la température de vulcanisation.

NOTE La lettre F désigne la force, et la lettre M le couple.



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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1fe7ec37-fbce-4fcc-8d6e-b885e5a05f2f/iso-6502-2016>



b) Méthode d'évaluation

Légende

- 1 courbe sinusoïdale
- 2 courbe enveloppe
- 3 courbe de vulcanisation avec augmentation constante jusqu'à F_H ou M_H à l'instant t_e à la fin de l'essai (vulcanisation avec module ascendant)
- 4 courbe de vulcanisation avec plateau à F_{HF} ou M_{HF} (vulcanisation avec plateau)
- 5 courbe de vulcanisation avec F_{HR} ou M_{HR} maximal(e) à l'instant t_{max} (vulcanisation avec réversion)

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

5 Types de rhéomètres

Trois types de rhéomètres sont couramment employés:

- les rhéomètres à disque oscillant;
- les rhéomètres à palette à mouvement alterné;
- les rhéomètres sans rotor.

Autrefois populaires, les modèles à palette à mouvement alterné sont désormais bien moins employés et ne seront pas traités plus en détail dans la présente Norme internationale.

Les rhéomètres sans rotor peuvent être répartis en trois catégories:

- les rhéomètres alternatifs (déformation linéaire);
- les rhéomètres à chambre oscillante (torsion) non étanche;
- les rhéomètres à chambre oscillante (torsion) étanche.

Les modèles oscillants peuvent comporter une chambre biconique, une chambre plane, ou présenter une section en oméga.

D'autres géométries sont possibles, par exemple avec une aiguille ou une sonde vibrante.

Le rhéomètre à disque oscillant est depuis de nombreuses années le type d'instrument le plus fréquemment employé, mais le rhéomètre sans rotor a récemment vu sa popularité augmenter de façon significative. Les principaux avantages offerts par les modèles sans rotor résident dans le fait que la température spécifiée est atteinte dans un délai plus court après l'insertion de l'éprouvette dans la chambre, et que la répartition thermique au sein de l'éprouvette est meilleure (voir [Annexe A](#)).

6 Appareillage

6.1 Généralités

Un rhéomètre se compose de deux chambres chauffées dotées d'un dispositif permettant de les fermer en appliquant une force donnée de sorte qu'elles forment une chambre contenant l'éprouvette, d'un dispositif permettant de faire osciller un rotor à l'intérieur de la chambre, ou bien de faire osciller ou alterner une des chambres par rapport à l'autre, ainsi que d'un dispositif permettant de mesurer et d'enregistrer la force ou le couple nécessaire pour produire le mouvement relatif, ou le mouvement produit par une force ou un couple appliqué(e) donné(e). En outre, avec les systèmes de torsion sans rotor étanches, le couple de réaction sur la chambre fixe en face de la chambre mobile peut être mesuré.

L'agencement général des rhéomètres à disque oscillant et sans rotor est représenté aux [Figures 2 à 7](#).

6.2 Chambre

Il convient que les chambres soient fabriquées dans un matériau non déformable. Il convient que leur surface réduise au maximum les effets de la contamination et qu'elle soit dure afin de ne pas s'user. Une dureté Rockwell minimale de 50 HRC, ou équivalent, est recommandée. Les tolérances nécessaires en ce qui concerne les dimensions des chambres dépendront du modèle considéré. Toutefois, en règle générale, il convient de contrôler ces dimensions à $\pm 0,2$ % près.

Il convient que les surfaces supérieure et inférieure de la chambre soient munies de stries suffisamment importantes pour éviter tout glissement de l'éprouvette en caoutchouc.

Il convient de pratiquer des orifices dans les chambres supérieure et inférieure afin d'accueillir des capteurs de température. Il convient de contrôler la position des capteurs par rapport à la chambre afin de garantir une réponse reproductible.

Dans le cas des instruments à disque oscillant, il faut munir l'une des chambres d'un orifice central afin de permettre l'insertion de la tige du disque. Il convient de placer un joint approprié, à coefficient de frottement faible et constant, dans cet orifice afin d'empêcher le caoutchouc de fluer hors de la chambre.

Il convient que la conception des chambres ou l'application de la pression sur l'éprouvette tout au long de l'essai soient réalisées de manière à réduire au maximum le glissement entre le disque et le caoutchouc. Il est également important de disposer d'une pression positive pour évacuer l'air pouvant avoir une incidence sur la vulcanisation, par exemple, des caoutchoucs vulcanisés au peroxyde, et pour empêcher le caoutchouc de devenir poreux.

Les dimensions de la chambre peuvent être contrôlées par la mesure des dimensions de l'éprouvette vulcanisée. Pour les rhéomètres sans rotor à chambre biconique, il convient d'accorder une attention particulière à la fine partie centrale, dont l'épaisseur dépend de l'écartement entre les chambres. Pour les rhéomètres à disque oscillant, il convient de couper l'éprouvette vulcanisée en deux et de vérifier qu'elle est bien symétrique. Toute asymétrie indiquera un mauvais réglage de la hauteur du rotor.

Les dimensions de la chambre et de l'éprouvette vulcanisée ne seront pas identiques du fait de l'effet de retrait au moulage.

6.3 Fermeture des chambres

Les chambres sont fermées et maintenues fermées pendant l'essai, au moyen d'un vérin pneumatique par exemple.

Une force de $11 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$ est recommandée pour les instruments à disque oscillant présentant une surface de contact entre les chambres d'environ $1\,400 \text{ mm}^2$.

Dans les instruments sans rotor non étanches, les chambres ne sont pas totalement fermées et il convient de laisser un léger jeu, compris entre $0,05 \text{ mm}$ et $0,2 \text{ mm}$. En ce qui concerne les chambres étanches, il convient de ne pas laisser de jeu au niveau des bords de la chambre. La force de fermeture minimale nécessaire dépend du jeu. En règle générale, une force d'au moins 7 kN à 8 kN est recommandée.

6.4 Élément mobile

Il convient que le disque d'un instrument à disque oscillant soit fabriqué dans un matériau non déformable, présentant une dureté minimale de 50 HRC. Il convient que les surfaces supérieure et inférieure soient munies de stries afin d'éviter tout glissement de l'éprouvette en caoutchouc.

Il convient que le disque soit de forme biconique afin d'offrir une vitesse de cisaillement à peu près uniforme; il convient en outre de contrôler son diamètre à $\pm 0,03 \%$ près, et l'angle du cône à $\pm 1,3 \%$ près.

Dans un instrument sans rotor, l'élément mobile est l'une des chambres. Il convient que la chambre ait la forme d'un disque plat pour les modèles alternatifs et qu'elle soit biconique, plane ou à section en oméga pour les modèles oscillants afin de produire une vitesse de cisaillement largement uniforme.

Il convient que le guide d'entraînement soit suffisamment rigide pour empêcher toute déformation importante.

6.5 Mouvement

Il convient que la fréquence d'oscillation ou de mouvement alternatif soit comprise entre $0,05 \text{ Hz}$ et 2 Hz , et les essais peuvent être réalisés à deux fréquences ou plus. Si une seule fréquence est retenue, il est recommandé de choisir $1,7 \text{ Hz} \pm 0,1 \text{ Hz}$.

Il est généralement possible d'obtenir une plus grande sensibilité avec les amplitudes plus élevées, mais l'amplitude utilisable dans la pratique est limitée par le risque de glissement entre les éprouvettes et la surface de la chambre ou le rotor.

Pour les rhéomètres à disque oscillant, l'amplitude recommandée est de $\pm 1^\circ$, mais une amplitude de $\pm 3^\circ$ est envisageable, et même avantageuse dans certaines conditions.

Pour les rhéomètres sans rotor, l'amplitude peut être comprise entre $\pm 0,1^\circ$ et $\pm 2^\circ$ ou, pour les modèles alternatifs, entre $\pm 0,01 \text{ mm}$ et $\pm 0,1 \text{ mm}$.

Il convient que la tolérance au niveau de l'amplitude soit de $\pm 2 \%$ par rapport aux instruments traités dans l'ISO 3417, et que l'entraînement soit suffisamment puissant et rigide pour maintenir largement l'amplitude en charge.

6.6 Mesure de la rigidité

Il convient que le dispositif permettant de mesurer la force ou le couple soit solidement couplé à une chambre ou au rotor et qu'il soit capable de mesurer la force ou le couple résultant(e) avec une exactitude de $\pm 1 \%$ par rapport à la plage de force ou de couple. Il convient que cette tolérance comprenne toute erreur due à la déformation du dispositif de mesure et de son couplage, ainsi que du dispositif de sortie.

Il convient que l'enregistreur permettant de surveiller en continu la force ou le couple offre un temps de réponse pour la totalité de l'échelle de déflexion inférieur ou égal à 1 s .

6.7 Chauffage et contrôle de la température

Il convient que le système de chauffage et de contrôle de la température soit capable de générer une température reproductible et uniformément répartie dans les chambres, et qu'il permette une recouvrance rapide et reproductible de la température après insertion de l'éprouvette. Un contrôle strict de ces paramètres est nécessaire pour mesurer précisément les caractéristiques de vulcanisation.