
**Caoutchouc — Mesure des
caractéristiques de vulcanisation à
l'aide de rhéomètres —**

**Partie 1:
Introduction**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Rubber — Measurement of vulcanization characteristics using
curemeters —
(standards.iteh.ai)
Part 1: Introduction*

ISO 6502-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cd2ae3b-a30e-4e4f-b8ae-d041592ebaf3/iso-6502-1-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6502-1:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cd2ae3b-a30e-4e4f-b8ae-d041592ebaf3/iso-6502-1-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cd2ae3b-a30e-4e4f-b8ae-d041592ebaf3/iso-6502-1-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

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	5
6 Appareillage	6
6.1 Généralités.....	6
6.2 Demi-chambres.....	7
6.3 Fermeture des chambres.....	8
6.4 Élément mobile.....	8
6.5 Mouvement.....	8
6.6 Mesure de la rigidité.....	9
6.7 Chauffage et contrôle de la température.....	9
6.8 Étalonnage.....	9
7 Éprouvette	9
8 Température de vulcanisation	10
9 Conditionnement	10
10 Mode opératoire	10
10.1 Préparation pour essai.....	10
10.2 Chargement du rhéomètre.....	10
11 Expression des résultats	10
Annexe A (informative) Effet des paramètres thermiques sur les propriétés de vulcanisation mesurées	11
Bibliographie	14

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette première édition de l'ISO 6502-1 annule et remplace la quatrième édition de l'ISO 6502:2016, qui a fait l'objet d'une révision technique afin de maintenir une cohérence au sein de la série ISO 6502.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 6502 se trouve sur le site web de l'ISO.

Introduction

Une Norme internationale spécifiant les exigences pour l'utilisation de rhéomètres à disque oscillant a été établie en 1977 sous la forme de l'ISO 3417, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant*. Plus tard, lorsque différents rhéomètres sans rotor ont été développés et sont devenus populaires, une Norme internationale pour ces instruments a été produite sous la forme de l'ISO 6502, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor*. Cependant, en raison de la variété des instruments disponibles qui différaient en géométrie et en construction, l'ISO 6502 n'était pas en mesure de spécifier ces exigences en détail. En 1999, il est apparu qu'un certain nombre de rhéomètres différents étaient disponibles sur le marché, et que des progrès significatifs avaient été réalisés et se poursuivaient. 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, et le titre de l'ISO 6502 a été modifié en *Caoutchouc — Guide pour l'emploi des rhéomètres*. Comme l'utilisation des rhéomètres sans rotor est devenue plus mature, il a maintenant été décidé de réviser le Guide en tant que *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètre — Partie 1: Introduction*, avec des parties subséquentes pour les rhéomètres à disque oscillant et les rhéomètres sans rotor.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6502-1:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cd2ae3b-a30e-4e4f-b8ae-d041592ebaf3/iso-6502-1-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cd2ae3b-a30e-4e4f-b8ae-d041592ebaf3/iso-6502-1-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6502-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cd2ae3b-a30e-4e4f-b8ae-d041592ebaf3/iso-6502-1-2018>

Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres —

Partie 1: Introduction

AVERTISSEMENT 1 — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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 déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

AVERTISSEMENT 2 — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances, ou la génération de déchets, susceptibles de constituer un danger environnemental localisé. Il convient de se référer à la documentation appropriée relative à la manipulation et à l'élimination de ces substances en toute sécurité après utilisation.

1 Domaine d'application

Le présent document fournit une introduction pour la mesure des caractéristiques de vulcanisation des mélanges de caoutchoucs à l'aide de rhéomètres.

2 Références normatives

ISO 6502-1:2018

standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cd2ae3b-a30e-4e4f-b8ae-d041592ebaf3/iso-6502-1-2018

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. 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 données dans l'ISO 1382 et les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

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 demi-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).

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.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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 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.

On ne peut espérer une proportionnalité directe entre le couple et la rigidité dans toutes les conditions d'essai et dans tous les instruments car, particulièrement dans la plage des couples élevés, la déformation élastique de la tige du disque et du dispositif d'entraînement doit être prise en compte. En outre, dans les cas de faibles amplitudes de déformation, on peut penser que la déformation possède une composante élastique considérable. Pour les essais de contrôle de routine, des corrections ne sont toutefois pas nécessaires.

Les caractéristiques de vulcanisation suivantes peuvent être obtenues à partir de la courbe de la mesure de la rigidité en fonction du temps (voir [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.

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 . Il peut s'avérer pratique de définir le grillage comme un pourcentage donné, par exemple 2 % ou 5 %, de la vulcanisation totale.

Le temps nécessaire pour obtenir un pourcentage d'une vulcanisation complète à partir de la force minimale, $t'_c(y)$, est le temps nécessaire à la force (ou au couple) pour atteindre:

$$F_L + 0,01 y (F_{HF} - F_L) \quad (1)$$

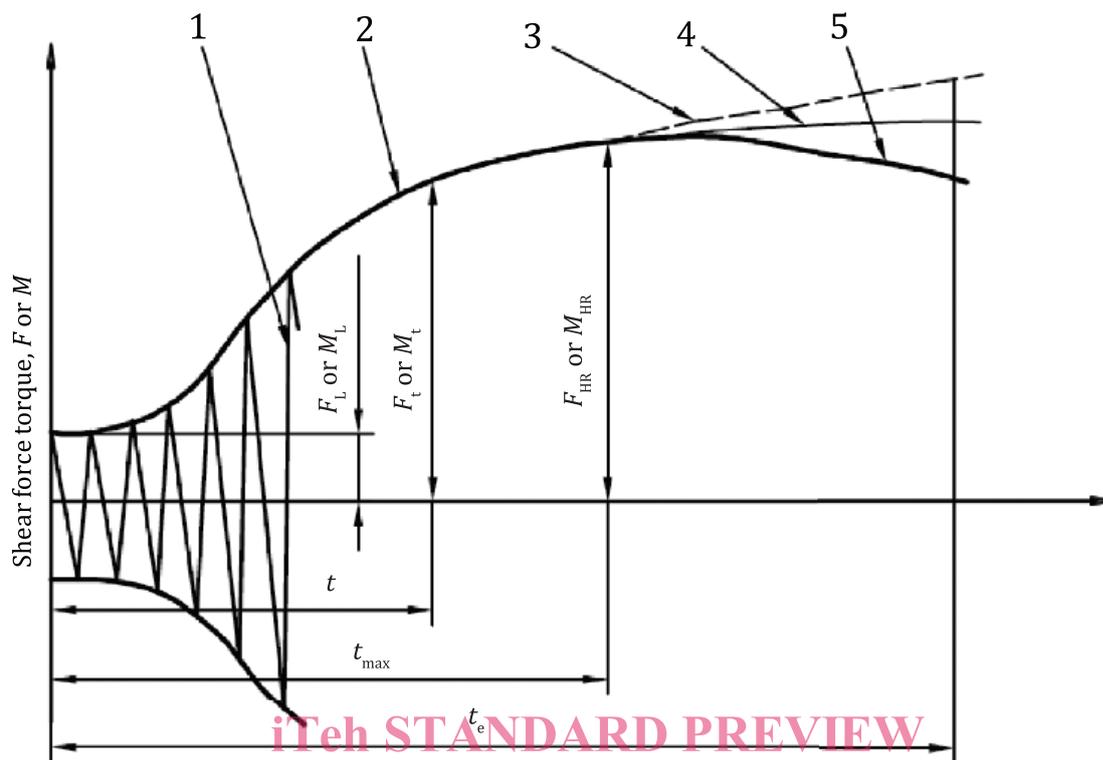
ou

$$M_L + 0,01 y (M_{HF} - M_L) \quad (2)$$

- $t'_c(10)$ est une mesure du début de la vulcanisation.
- $t'_c(50)$ peut être déterminé avec exactitude à condition que la pente de la courbe soit la plus élevée en ce point.
- $t'_c(90)$ est souvent utilisé comme indicateur de la vulcanisation sous presse optimale.

L'indice de vitesse de vulcanisation est la pente moyenne de la courbe ascendante; il est donné par:

$$100 / [t'_c(y) - t_{sx}] \quad (3)$$

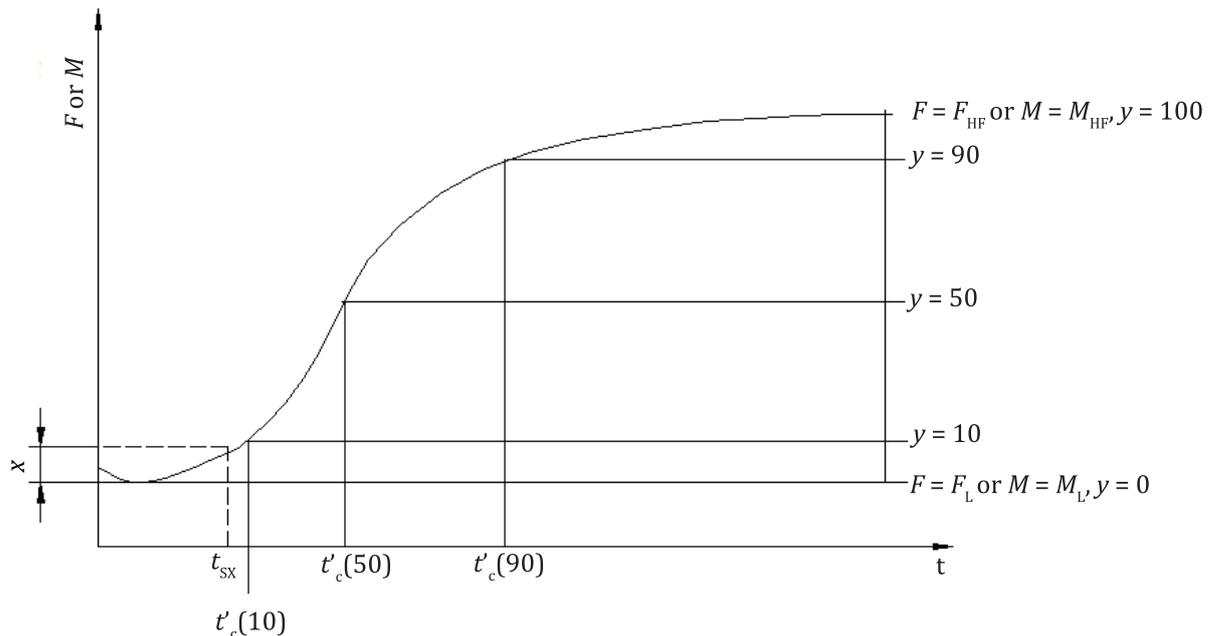


ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

ISO 6502-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cd2ae3b-a30e-4e4f-b8ae-d041592ebaf3/iso-6502-1-2018>



b) Méthode d'évaluation

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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} 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:

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

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

Autrefois populaires, les modèles à palette à mouvement alterné sont désormais bien moins utilisés et ne seront pas traités plus en détail dans le présent document.

Les rhéomètres à disque oscillant se composent d'un disque biconique qui oscille dans une chambre fermée. Il a été pendant de nombreuses années le type d'instrument le plus utilisé.

Dans les rhéomètres sans rotor, la moitié de la chambre contenant l'éprouvette, plutôt qu'un disque dans l'éprouvette, oscille ou a un mouvement alternatif. Le modèle sans rotor a vu sa popularité augmenter de façon significative, en raison de ses avantages, du fait que la température spécifiée est atteinte dans