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

**Partie 3:
Rhéomètre sans rotor**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Rubber — Measurement of vulcanization characteristics using
curemeters —
(standards.iteh.ai)
Part 3: Rotorless curemeter*

ISO 6502-3:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56d1d11b-a15d-43cb-9824-bcb4eff73769/iso-6502-3-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6502-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56d1d11b-a15d-43cb-9824-bcb4eff73769/iso-6502-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56d1d11b-a15d-43cb-9824-bcb4eff73769/iso-6502-3-2018>



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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Appareillage	2
5.1 Généralités.....	2
5.2 Demi-chambres.....	6
5.2.1 Plaque d'étanchéité.....	7
5.2.2 Joint.....	7
5.3 Fermeture des demi-chambres.....	8
5.4 Système d'oscillation.....	8
5.5 Système de mesurage du couple.....	8
5.6 Films de protection.....	8
5.7 Chauffage et contrôle de la température.....	9
6 Étalonnage	9
7 Éprouvette	9
8 Température de vulcanisation	10
9 Conditionnement	10
10 Mode opératoire	10
10.1 Préparation de l'essai.....	10
10.2 Chargement du rhéomètre.....	10
11 Expression des résultats	11
11.1 Généralités.....	11
11.2 Valeurs de couples.....	11
11.3 Temps de grillage.....	11
11.4 Temps correspondant à différents pourcentages de vulcanisation complète.....	11
11.5 Indice de vitesse de vulcanisation.....	11
12 Fidélité	11
13 Rapport d'essai	11
Annexe A (normative) Programme d'étalonnage	13
Annexe B (informative) Exemples pratiques d'étalonnage de différents rhéomètres	15
Annexe C (informative) Fidélité	18
Bibliographie	21

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*.

Une liste de toutes les parties de l'ISO 6502 peut être trouvée sur le site internet de l'ISO.

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

Partie 3: Rhéomètre sans rotor

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 condition réglementaire nationale.

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 spécifie une méthode pour la détermination de certaines caractéristiques de vulcanisation d'un mélange de caoutchouc à l'aide d'un rhéomètre sans rotor. L'introduction à l'utilisation de rhéomètres est décrite dans l'ISO 6502-1.

[ISO 6502-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56d1d11b-a15d-43cb-9824-bcb4eff73769/iso-6502-3-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56d1d11b-a15d-43cb-9824-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56d1d11b-a15d-43cb-9824-bcb4eff73769/iso-6502-3-2018)

2 Références normatives [bcb4eff73769/iso-6502-3-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/56d1d11b-a15d-43cb-9824-bcb4eff73769/iso-6502-3-2018)

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 6502-1:2018, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres — Partie 1: Introduction*

ISO 18899:2013, *Caoutchouc — Guide pour l'étalonnage du matériel d'essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions données dans l'ISO 6502-1 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 <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Une éprouvette de caoutchouc est placée dans une chambre chauffée formée de deux demi-chambres, dont l'une oscille à une fréquence et une amplitude données. Cette action exerce une déformation de cisaillement sur l'éprouvette, et un couple de cisaillement qui dépend de la rigidité (module de

cisaillement) du caoutchouc. Le couple qui augmente au fur et à mesure de la vulcanisation, est mesuré par un couplemètre incorporé dans l'autre demi-chambre. Le couple est enregistré graphiquement et automatiquement en fonction du temps.

La rigidité du caoutchouc augmente à mesure que se poursuit la vulcanisation. La courbe est terminée lorsque le couple enregistré augmente jusqu'à une valeur d'équilibre, ou à une valeur maximale (voir l'ISO 6502-1). Si le couple continue d'augmenter, la vulcanisation est considérée 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.

Les caractéristiques de vulcanisation sont obtenues à partir de la courbe de couple enregistrée en fonction du temps, conformément à l'ISO 6502-1.

5 Appareillage

5.1 Généralités

Un rhéomètre sans rotor se compose de deux demi-chambres chauffées et fermées ou presque fermées, sous une force spécifiée, de sorte qu'elles forment une chambre contenant l'éprouvette. Une des demi-chambres oscille, et le couple de réaction sur la demi-chambre fixe, qui est opposé à la demi-chambre mobile, peut être mesuré dans des conditions spécifiées de température, de fréquence et d'amplitude.

Il existe deux types d'assemblage autour de la chambre d'essai formée par les demi-chambres supérieure et inférieure, l'un est non étanche ou ouvert, et l'autre est de type étanche. Dans le cas d'un système de demi-chambre de type étanche, la chambre est entourée par des plaques d'étanchéité et des joints d'étanchéité annulaires et est complètement fermée. Dans le type non étanche, la chambre n'est pas complètement fermée.

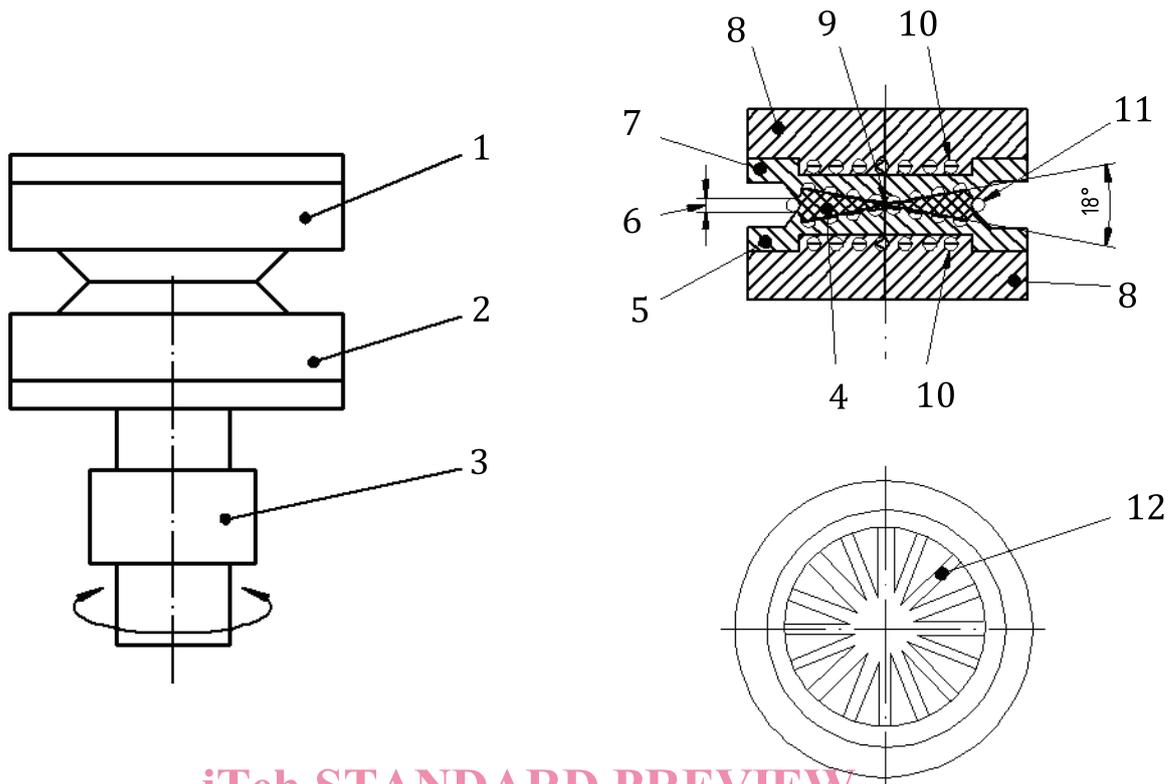
Deux types de forme de chambre sont utilisés, à savoir une forme biconique et une forme plane.

Trois types de rhéomètres avec différentes combinaisons de type d'étanchéité et de forme de chambre sont disponibles:

- a) chambre biconique non étanche,
- b) chambre biconique étanche, ou
- c) chambre plane (étanche).

L'agencement général des rhéomètres sans rotor est représenté aux [Figure 1](#), [Figure 2](#) et [Figure 3](#), y compris les dimensions typiques.

Les rhéomètres de conception différente peuvent donner des couples et des temps de vulcanisation différents (voir l'ISO 6502-1:2018, A.2).

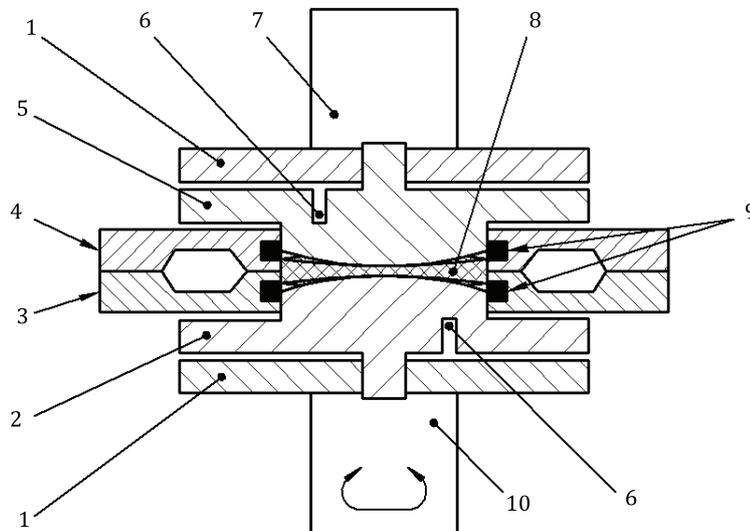


iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

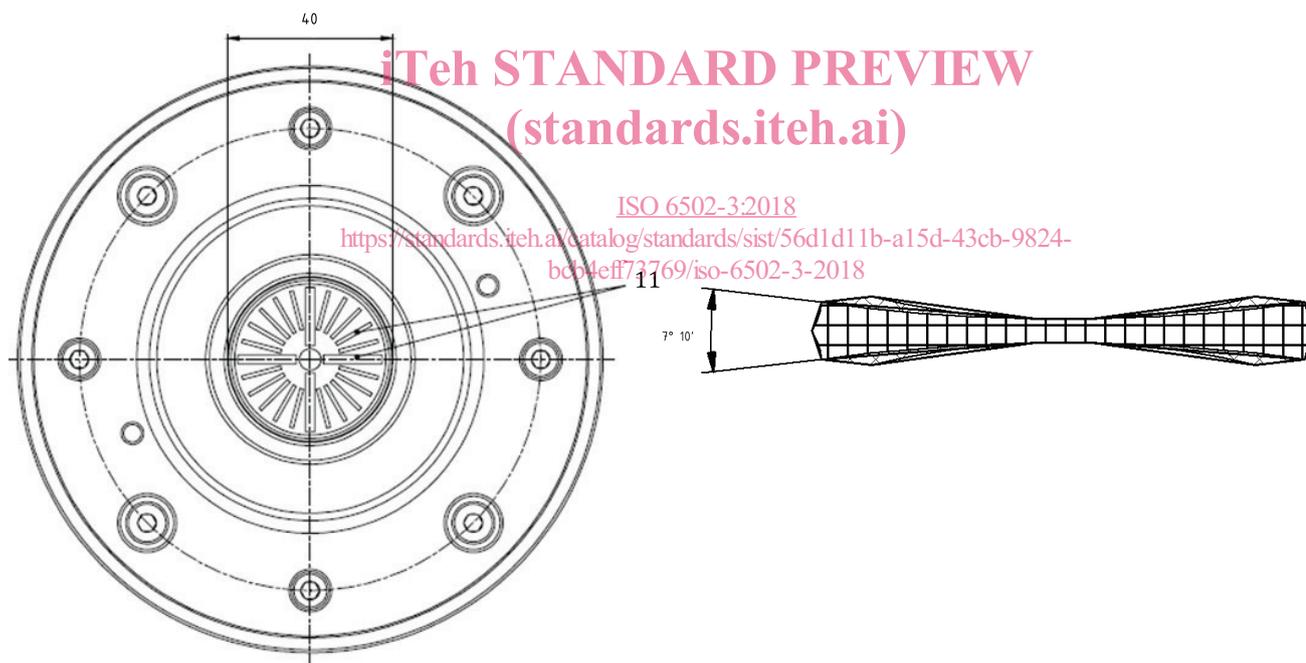
Légende

- | | | | |
|---|------------------------------------|----|------------------------------------|
| 1 | demi-chambre fixe | 7 | demi-chambre supérieure |
| 2 | demi-chambre oscillante | 8 | capteur de température |
| 3 | système de mesure du couple | 9 | écartement entre les demi-chambres |
| 4 | éprouvette | 10 | chauffage |
| 5 | demi-chambre inférieure | 11 | bavure |
| 6 | écartement entre les demi-chambres | 12 | stries |

Figure 1 — Rhéomètre type non étanche sans rotor à cisaillement par torsion à chambre biconique



a) Principe de mesure



b) Demi-chambre (supérieure et inférieure)

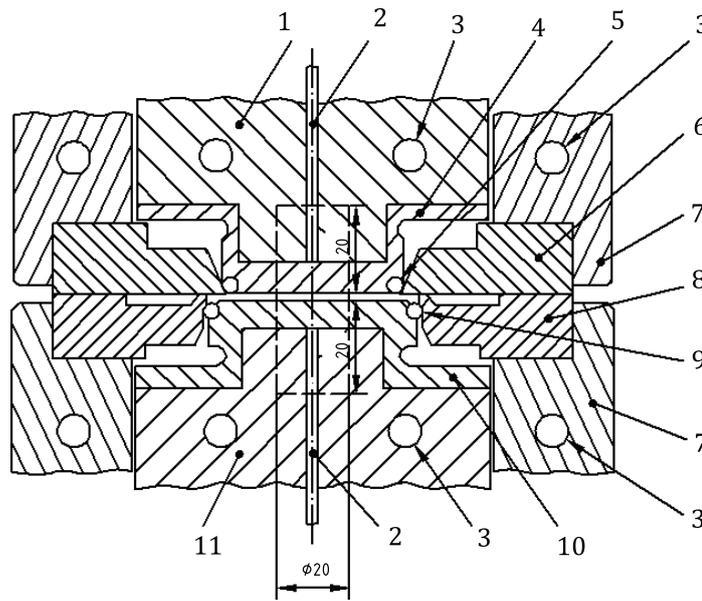
c) Éprouvette

Légende

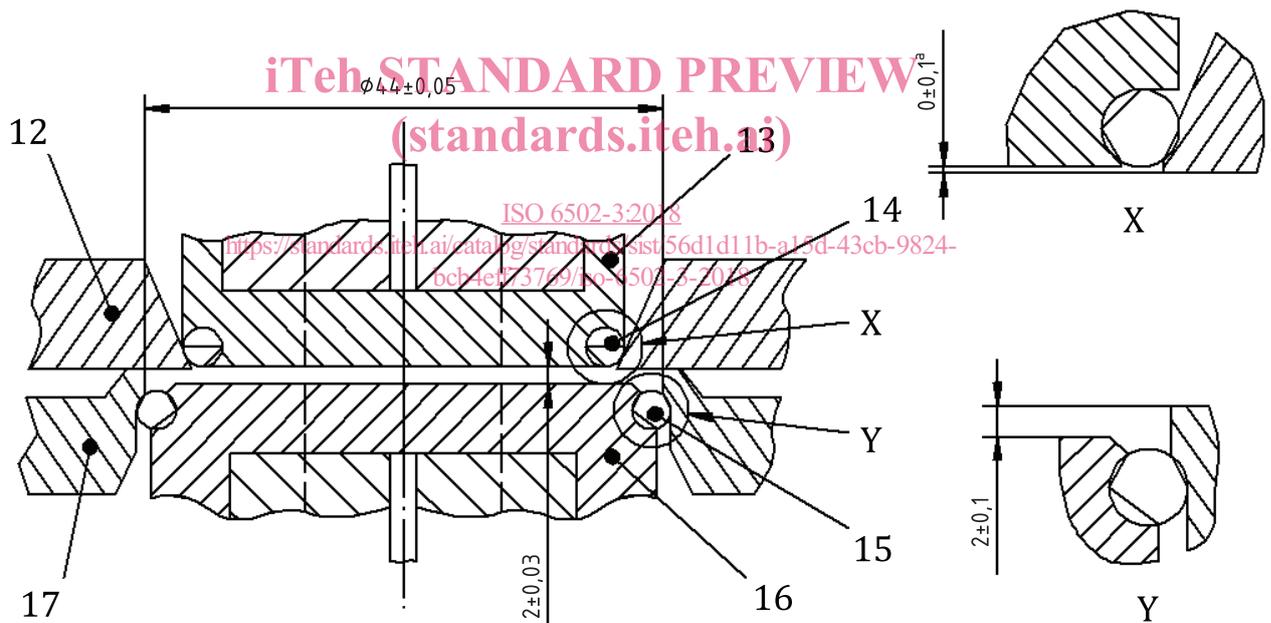
- | | |
|----------------------------------|-------------------------------------|
| 1 chauffage | 7 système de mesure du couple |
| 2 demi-chambre inférieure | 8 éprouvette |
| 3 plaque d'étanchéité inférieure | 9 Joints d'étanchéité |
| 4 plaque d'étanchéité supérieure | 10 système d'entraînement oscillant |
| 5 demi-chambre supérieure | 11 stries |
| 6 capteur de température | |

Figure 2 — Rhéomètre type étanche sans rotor à cisaillement par torsion à chambre biconique

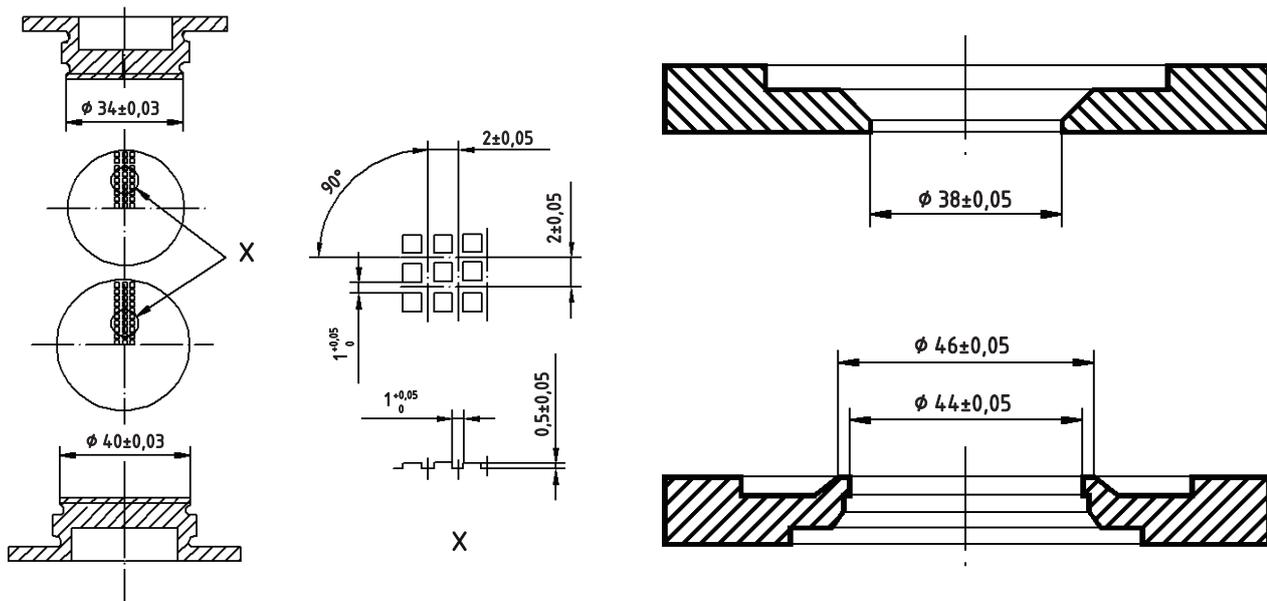
Dimensions en millimètres



a) Principe de mesure



b) Détails des demi-chambres et des plaques d'étanchéité



c) Formes et dimensions des demi-chambres et des plaques d'étanchéité

Légende

- | | | | |
|---|--------------------------------------|----|--------------------------------|
| 1 | arbre du système de mesure du couple | 10 | demi-chambre inférieure |
| 2 | capteur de température | 11 | arbre d'entraînement |
| 3 | chauffage | 12 | plaque d'étanchéité supérieure |
| 4 | demi-chambre supérieure | 13 | demi-chambre supérieure |
| 5 | joint d'étanchéité supérieur | 14 | joint d'étanchéité supérieur |
| 6 | plaque d'étanchéité supérieure | 15 | joint d'étanchéité inférieur |
| 7 | système de mesure du couple | 16 | demi-chambre inférieure |
| 8 | plaque d'étanchéité inférieure | 17 | plaque d'étanchéité inférieure |
| 9 | joint d'étanchéité inférieur | | |
- ^a 0 ± 0,1 signifie que la différence entre le niveau inférieur des deux parties (droite et gauche) doit être inférieure à 0,1 mm.

Figure 3 — Rhéomètre type étanche sans rotor à cisaillement par torsion à chambre plane

5.2 Demi-chambres

Les demi-chambres doivent être fabriquées dans un matériau non déformable, de rigidité élevée et de faible dilatation thermique pour minimiser la complaisance du système et prévenir les variations d'intervalle avec la température. La surface des demi-chambres doit être traitée afin de minimiser les effets de contamination de l'éprouvette si l'on n'utilise pas de film de protection ou de support et elle doit être dure afin de ne pas s'user. Une dureté Rockwell minimale de 50 HRC, ou équivalent, est recommandée.

Une chambre est formée avec une demi-chambre inférieure fixe et une demi-chambre supérieure mobile verticalement, et la forme des demi-chambres doit être biconique et plane.

- Une chambre biconique est formée de deux demi-chambres de forme conique avec un angle de séparation compris entre 7° et 18°. L'espacement entre les deux demi-chambres en vis-à-vis diffère de la périphérie au centre, étant minimum au point central, pour augmenter du point central vers le côté extérieur.
- Une chambre plane est en forme de disque. C'est le même espacement pour toute la chambre.

Les demi-chambres biconiques sont conçues pour fournir une déformation de cisaillement constante à l'ensemble de l'éprouvette, alors que les demi-chambres planes donnent une répartition thermique uniforme dans l'éprouvette.

Les surfaces supérieure et inférieure de la chambre doivent être munies de stries pour éviter tout glissement de l'éprouvette en caoutchouc. Pour les demi-chambres de type biconique, des rainures radiales, pour les chambres de type plan, des stries en damier sont recommandées.

Des moyens appropriés doivent être utilisés par conception des demi-chambres ou autre pour exercer une pression sur l'éprouvette.

Les dimensions types de la chambre sont données dans le [Tableau 1](#). Les tolérances nécessaires en ce qui concerne les dimensions des demi-chambres dépendent du modèle considéré.

Les dimensions de la chambre peuvent être contrôlées par la mesure des dimensions de l'éprouvette vulcanisée. Pour les demi-chambres de type biconique, il convient d'accorder une attention particulière à la fine partie centrale, dont l'épaisseur dépend de l'écartement entre les demi-chambres.

Tableau 1 — Dimensions type d'une chambre

	Chambre biconique		Chambre plane
Diamètre	40 mm ± 2 mm		44,00 mm ± 0,05 mm
Hauteur	Angle de séparation de 7° à 18°		2,00 mm ± 0,03 mm
	Au centre des demi-chambres, une séparation égale à 0,5 mm plus l'écartement entre les demi-chambres		
Ecartement entre les demi-chambres ^a	Type non étanche	Type étanche	Différences de niveau entre la demi-chambre et la plaque d'étanchéité ^b Supérieure: 0,0 mm ± 0,1 mm Inférieure: 2,0 mm ± 0,1 mm
	0,05 mm à 0,20 mm, de préférence 0,1 mm	Pas d'intervalle	
Stries	Stries radiales à intervalle de 20°	Stries radiales à intervalle de 18° à 22,5°	Dans une structure en cercle 16 stries sur la demi-chambre supérieure 19 stries sur la demi-chambre inférieure

^a Intervalle entre les bords des demi-chambres en position fermée.

^b Différence de niveau entre les surfaces de la demi-chambre supérieure et la plaque d'étanchéité supérieure, ou entre la demi-chambre inférieure et la plaque d'étanchéité inférieure.

5.2.1 Plaque d'étanchéité

Pour un système de type étanche (chambre biconique ou chambre plane), des plaques d'étanchéité doivent équiper les demi-chambres supérieure et inférieure. Les plaques d'étanchéité doivent être fabriquées à partir d'un matériau suffisamment rigide et résistant à l'abrasion. Une dureté Rockwell minimale de 50 HRC, ou équivalent, est recommandée.

5.2.2 Joint

Les rhéomètres de type étanche (chambre biconique ou chambre plane) doivent avoir des joints appropriés, de coefficient de frottement faible et constant, afin d'empêcher le caoutchouc de s'écouler hors de la chambre. Le matériau doit avoir une flexibilité appropriée, une haute résistance aux températures d'essai et à l'usure. Les joints toriques en caoutchouc fluoré, silicone ou en résine de tétrafluoroéthylène sont recommandés.

Il convient de remplacer périodiquement les joints d'étanchéité afin d'éviter une diminution de l'exactitude de mesurage du couple ou un écoulement de l'éprouvette hors de la chambre suite à une dégradation thermique.