
**Caoutchouc non vulcanisé —
Déterminations utilisant un
consistomètre à disque de cisaillement —**

**Partie 4:
Détermination du taux de relaxation de
contrainte Mooney**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber, unvulcanized — Determinations using a shearing-disc
viscometer —*

Part 4: Determination of the Mooney stress-relaxation rate

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96672d29-03a6-49f1-9e84-25efb6775436/iso-289-4-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 289-4:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96672d29-03a6-49f1-9e84-25efb6775436/iso-289-4-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96672d29-03a6-49f1-9e84-25efb6775436/iso-289-4-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2005

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 Principe	1
5 Appareillage	2
6 Préparation de l'éprouvette	2
7 Température et durée de l'essai	2
8 Mode opératoire	2
9 Calcul et expression des résultats	3
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Déclaration de fidélité	6
Bibliographie	8

iTech STANDARD PREVIEW
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96672d29-03a6-49f1-9e84-25efb6775436/iso-289-4-2003>
 (standards.iteh.ai)

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

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.

L'ISO 289-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*. (standards.iteh.ai)

L'ISO 289 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement*.

- *Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney*
- *Partie 2: Détermination des caractéristiques de prévulcanisation*
- *Partie 3: Détermination de la valeur Delta Mooney pour le caoutchouc styrène-butadiène en émulsion, étendu à l'huile, non pigmenté*
- *Partie 4: Détermination du taux de relaxation de contrainte Mooney*

Les modifications suivantes ont été incluses à la présente version corrigée de l'ISO 289-4:2003:

page iv: correction orthographique du titre du TC;

pages v, 1, 2, 3, 6, 7: modifications apportées aux numéros des références bibliographiques;

page 2: ajout du terme «épaisseur» dans la NOTE 2;

page 3: changement de symbole pour les unités Mooney — M devient T ;

page 4: Figure 1, ajout du symbole t , à la légende se référant à l'axe des abscisses;

page 6: nouveau texte au paragraphe A.2.1;

page 8: Tableau A.1, suppression de la seconde ligne du titre du tableau ainsi que du terme «NOTE» au-dessus des notes de tableau;

pages 9 et 10: Bibliographie: modifications apportées à l'ordre et à la numérotation des références, suppression de l'ancienne référence [6], remaniement des références [1] [9] [12] [15] [17] [18].

Introduction

L'indice consistométrique Mooney décrit dans l'ISO 289-1 est l'un des paramètres de caractérisation du caoutchouc le plus largement admis. Cependant, l'indice consistométrique Mooney seul ne suffit généralement pas à garantir un contrôle sérieux des autres caractéristiques rhéologiques^[1]. Il ne fournit aucune information concernant l'élasticité des caoutchoucs à l'état brut et non vulcanisés^[2]. La viscosité et l'élasticité peuvent changer indépendamment l'une de l'autre, par conséquent, il est important de disposer de modes opératoires permettant de mesurer les deux propriétés indépendamment.

L'indice consistométrique Mooney est mesuré à une vitesse de cisaillement spécifique, et la viscosité des caoutchoucs dépend de la vitesse de cisaillement. Un équipement d'essai sophistiqué destiné à mesurer la viscosité d'un caoutchouc en fonction de la vitesse de cisaillement est disponible. D'une manière générale, ce type d'équipement, son fonctionnement et l'interprétation des résultats, est, pour l'instant, trop compliqué pour être utilisé comme outil de contrôle qualité normalisé.

Comme décrit dans la littérature^[3], le taux de relaxation de contrainte Mooney (MSR) est lié aux effets élastiques dans la rhéologie des caoutchoucs non vulcanisés. On peut le mesurer relativement aisément, et cela ne prend que quelques secondes supplémentaires après le mesurage normalisé de la viscosité. Le paramètre MSR est indépendant de l'indice consistométrique Mooney.

La combinaison du taux de relaxation de contrainte Mooney avec l'indice consistométrique Mooney conventionnel permet de mieux décrire le comportement viscoélastique des caoutchoucs non vulcanisés à l'état brut ou sous forme de mélange^[4]. Les mesurages de la relaxation de contrainte Mooney ont été proposés comme outil de contrôle qualité^[4]^[5].

La méthode à intervalle court décrite dans la présente partie de l'ISO 289 est une amélioration des modes opératoires d'évaluation pour les mesurages de la relaxation de contrainte Mooney. L'évaluation utilisant un intervalle court donne lieu à une bien meilleure reproductibilité comparée à celle obtenue en utilisant un intervalle étendu.

L'utilisation d'un intervalle court permet d'obtenir, à partir des expérimentations de relaxation de contrainte Mooney, un paramètre important applicable à la rhéologie des caoutchoucs, soit le taux de relaxation de contrainte Mooney (MSR), c'est-à-dire la vitesse de diminution du couple en fonction du temps^[16]^[17]^[18]^[19].

Le taux de relaxation de contrainte Mooney est également connu comme une «pente» qui peut être présentée comme une valeur positive ou négative. Comme la méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 289 utilise un intervalle d'évaluation spécifique et comme le paramètre est toujours positif, un nouveau nom distinctif a été choisi^[6]^[7]^[8]^[15].

Des données disponibles montrent que la méthode décrite distingue les polymères (EPDM) de fractions de poids moléculaire élevé différent malgré le court intervalle d'évaluation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 289-4:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96672d29-03a6-49f1-9e84-25efb6775436/iso-289-4-2003>

Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement —

Partie 4:

Détermination du taux de relaxation de contrainte Mooney

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 289 spécifie une méthode utilisant un consistomètre à disque de cisaillement pour mesurer le taux de relaxation de contrainte Mooney (MSR) des caoutchoucs bruts ou sous forme de mélange, caractérisant la réponse élastique de ces matériaux ainsi que la réponse visqueuse mesurée par l'indice consistométrique Mooney.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 289-1:1994, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

taux de relaxation de contrainte Mooney

MSR

valeur absolue de la pente de la droite de régression linéaire de la courbe logarithmique du couple en fonction du temps, sur un intervalle de temps limité, après l'arrêt du rotor, une fois l'indice consistométrique Mooney mesuré

NOTE Le mesurage du MSR est en réalité un mesurage de la relaxation de contrainte portant sur un spectre étendu de temps de relaxation et il est essentiellement sensible à la structure polymérique à un intervalle de temps de relaxation spécifié.

4 Principe

L'essai consiste à déterminer la diminution du couple Mooney juste après avoir déterminé l'indice consistométrique Mooney. Après avoir brusquement arrêté le rotor une fois l'indice consistométrique Mooney mesuré, enregistrer la diminution du couple en fonction du temps. La vitesse de changement du couple est évaluée sur un court intervalle de temps en tenant compte de la validité de la loi exponentielle, conformément aux prédictions théoriques [9].

5 Appareillage

Utiliser l'appareillage spécifié dans l'ISO 289-1 et étalonné conformément à cette norme. De plus, l'appareillage doit permettre d'arrêter la rotation du disque en moins de 0,1 s, de repositionner le point zéro du couple sur le zéro statique pour un rotor fixe et d'enregistrer le couple toutes les 0,2 s après l'arrêt du rotor.

NOTE 1 Le couple zéro n'est pas le même pour un rotor fixe et pour un rotor en rotation. Avant chaque mesurage, il est recommandé de repositionner le point zéro du couple du rotor en rotation. Cette opération entraîne un signal négatif du couple lors de la période de préchauffage comme cela est représenté à la Figure 1.

NOTE 2 Il est recommandé d'utiliser un film barrière. Le type de polymère et l'épaisseur de ce film ont une influence sur les résultats. La présente partie de l'ISO 289 a été élaborée en utilisant un film de polypropylène de 20 µm d'épaisseur, avec un pic de température d'analyse calorimétrique différentielle à compensation de puissance de 161 °C (deuxième courbe de chauffage).

6 Préparation de l'éprouvette

Procéder à un essai de l'indice consistométrique Mooney tel que décrit dans l'ISO 289-1.

7 Température et durée de l'essai

Utiliser les conditions d'essai décrites dans l'ISO 289-1.

8 Mode opératoire

Conduire l'essai en suivant le mode opératoire décrit dans l'ISO 289-1:1994, Article 7.

Si la viscosité n'a pas été enregistrée de façon continue, reporter les valeurs de l'indice consistométrique Mooney observées comme spécifié dans l'ISO 289-1.

NOTE 1 Il est fortement recommandé d'utiliser un enregistreur automatique. Il est préférable d'utiliser un logiciel d'acquisition des données spécialisé de manière à effectuer des calculs automatiques.

Une fois l'essai de viscosité réalisé, arrêter la rotation du disque en moins de 0,1 s, repositionner le point zéro du couple sur le zéro statique pour un rotor fixe, et enregistrer le couple toutes les 0,2 s.

NOTE 2 Il est nécessaire de repositionner le couple sur un zéro statique car le zéro dynamique utilisé pour l'essai de consistance entraînerait une valeur de couple négative, une fois le matériau entièrement détendu avec un disque stationnaire. La relaxation du couple est tellement rapide pour la plupart des polymères que l'arrêt du rotor, le repositionnement du zéro et l'enregistrement du couple détendu doivent être contrôlés automatiquement.

Les données relatives à la relaxation doivent être collectées dans un intervalle compris entre 1,6 s et 5,0 s après l'arrêt du rotor, ce qui permet de relever 18 points de données. La Figure 1 montre le graphique d'un essai de l'indice consistométrique Mooney suivi d'un essai de relaxation de contrainte.

NOTE 3 L'utilisation de différents intervalles d'évaluation et/ou de différents plans d'échantillonnage des données engendre différentes valeurs de relaxation de contrainte Mooney. Des intervalles d'évaluation plus longs peuvent favoriser les erreurs. Ceci est dû à une diminution du rapport bruit/signal lorsque les temps de relaxation augmentent. La plupart du travail effectué lors de l'élaboration de la présente partie de l'ISO 289 s'est appuyé sur du caoutchouc éthylène-propylène-diène (EPDM). Il est fort possible que pour d'autres polymères, d'autres intervalles d'évaluation et/ou d'autres plans d'échantillonnage soient plus appropriés^{[10] [11]}. Il convient que les écarts par rapport au présent document fassent l'objet d'un accord entre le fournisseur et le client, et qu'ils soient toujours mentionnés dans le rapport d'essai.

9 Calcul et expression des résultats

L'analyse des données du taux de relaxation de contrainte Mooney (couple en fonction du temps) consiste a) à tracer une courbe couple (en unités Mooney) en fonction du temps (en secondes) dans une courbe logarithmique comme indiqué à la Figure 2, et b) à calculer les constantes du modèle de loi exponentielle de la réponse du matériau tel que représenté par l'Équation (1).

$$T = k(t)^\alpha \quad (1)$$

où

T représente les unités Mooney (couple) au cours de l'essai de relaxation de contrainte;

k est une constante égale au couple, exprimée en unités Mooney, 1 s après l'arrêt du rotor;

t est le temps une fois le rotor arrêté, en secondes;

α est un exposant qui détermine le taux de relaxation de contrainte.

Si l'on transforme l'Équation (1) en ajoutant de chaque côté le logarithme, on obtient l'Équation (2) suivante:

$$\log T = \alpha(\log t) + \log k \quad (2)$$

Cette équation a la forme d'une équation de régression linéaire dans laquelle α est la pente, $\log k$ est l'ordonnée à l'origine, $\log T$ et $\log t$ correspondent respectivement à la variable dépendante et à la variable indépendante. Dans une courbe logarithmique T en fonction de t , comme le montre la Figure 2, la pente du graphique ($\log T/\log t$) est égale à α . La valeur absolue de la pente, $|\alpha|$, arrondie à trois décimales près, représente le taux de relaxation de contrainte Mooney.

Reporter les résultats d'un essai caractéristique dans le format suivant:

$$\text{MSR} = 0,941 \pm 0,006$$

NOTE Le nombre 0,006 de cette expression est l'erreur-type de l'analyse de régression. C'est une estimation de l'erreur aléatoire de la valeur MSR. Elle est calculée selon:

$$\sqrt{\frac{\frac{1}{n-2} \sum e_i^2}{\sum (X_i - \bar{X})^2}}$$

où

e_i est la différence entre la valeur mesurée et la valeur estimée, basée sur la droite de régression et appelée résidu;

n est le nombre de mesurages [12].

Il convient que le MSR soit toujours rapporté avec l'indice consistométrique Mooney.