



Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la viscosité Mooney

Rubber, unvulcanized — Determination of Mooney viscosity

Première édition — 1985-03-15

CDU 678.063 : 620.1 : 532.13

Réf. n° : ISO 289-1985 (F)

Descripteurs : caoutchouc, essai, détermination, viscosité, matériel d'essai.

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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 289 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*.

Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 289-1963, dont elle constitue une révision technique.

Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la viscosité Mooney

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la viscosité Mooney des caoutchoucs à l'état brut ou en mélange au moyen d'un viscosimètre à disque de cisaillement.

2 Références

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1796, *Caoutchouc brut — Préparation des échantillons.*

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base d'élastomères — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

3 Principe

Le couple à appliquer dans des conditions spécifiées pour faire tourner un disque métallique dans une chambre cylindrique et étanche remplie de caoutchouc est mesuré. La résistance à cette rotation, offerte par le caoutchouc, est exprimée en unités arbitraires comme étant la viscosité Mooney de l'éprouvette.

4 Appareillage

Les parties essentielles de l'appareil (voir figure 1) sont les suivantes:

- deux éléments pour former une chambre cylindrique;
- un rotor;
- un moyen pour maintenir le rotor à une température constante;
- un moyen pour maintenir une pression de fermeture spécifiée;
- un moyen de mise en rotation du rotor à une vitesse angulaire constante;
- un moyen pour indiquer le couple requis pour maintenir le rotor en rotation.

Le rotor et la chambre ont les dimensions indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1 — Dimensions des parties essentielles de l'appareil

Dimensions	Millimètres
Diamètre du rotor	38,10 ± 0,03
Épaisseur du rotor	5,54 ± 0,03
Diamètre de la chambre	50,9 ± 0,1
Profondeur de la chambre	10,59 ± 0,03

NOTE — Conventionnellement, ce rotor est appelé grand rotor (large rotor).

On peut utiliser un rotor plus petit, lorsque la viscosité élevée le rend nécessaire. Ce petit rotor doit avoir les mêmes dimensions que le grand rotor, excepté que le diamètre doit être de $30,48 \pm 0,03$ mm. Les résultats obtenus avec le petit rotor ne sont pas identiques à ceux obtenus en utilisant le grand rotor.

4.1 Éléments de la chambre

Les deux éléments de la chambre formant la cavité doivent être constitués d'acier durci trempé ne se déformant pas, de dureté Rockwell minimale HRC 60. Les dimensions de la cavité sont données sur la figure 1 et doivent être mesurées à partir des surfaces les plus élevées.

Pour un bon transfert de chaleur, chaque chambre doit être constituée de préférence d'un seul morceau d'acier. Les surfaces doivent avoir des sillons en V disposés radialement sur les surfaces plates pour empêcher le glissement. Les sillons doivent être espacés radialement à des intervalles de 20° et doivent s'étendre entre le cercle extérieur de 47 mm de diamètre et le cercle intérieur de 7 mm de diamètre pour l'élément supérieur de la chambre et jusqu'à 1,5 mm du trou dans l'élément inférieur de la chambre; chaque sillon doit former un angle de 90° dans la surface de la chambre avec la bissectrice de l'angle perpendiculaire à la surface et doit avoir $1,0 \pm 0,1$ mm de largeur à la surface (voir figure 2).

Autrement, chaque chambre peut être constituée de deux morceaux d'acier, avec des sillons à section rectangulaire sur les surfaces pour empêcher le glissement. Les sillons doivent avoir $0,80 \pm 0,02$ mm de largeur, une profondeur uniforme de $0,30 \pm 0,05$ mm et être espacés de $1,60 \pm 0,04$ mm des centres. Les surfaces plates des chambres ont deux ensembles de sillons à angle droit l'un par rapport à l'autre (voir figure 3).

NOTE — Les deux types de chambres peuvent ne pas donner les mêmes résultats.

4.2 Rotor

Le rotor doit être fabriqué dans un acier durci trempé ne se déformant pas, de dureté Rockwell minimale HRC 60. Les surfaces du rotor doivent être parcourues de sillons de la manière indiquée à la figure 3. Le rotor est fixé à angles droits à un arbre ayant un diamètre de 10 ± 1 mm et de longueur telle que, dans la chambre fermée, le jeu au-dessus du rotor ne diffère pas de celui en dessous de plus de 0,25 mm. L'arbre du rotor doit porter sur l'axe d'entraînement du moteur et non sur la paroi de la chambre. Le jeu à l'endroit où le rotor entre dans la chambre doit être suffisamment faible pour éviter que du caoutchouc s'en aille de la chambre. Un joint torique sans bavure ou tout autre dispositif d'étanchéité doit être utilisé comme soudure en cet endroit.

L'excentricité du rotor lorsqu'il tourne dans le viscosimètre ne doit pas dépasser 0,1 mm.

La vitesse relative de rotation entre le rotor et la chambre doit être de $0,209 \pm 0,000 2$ rad/s ($2,00 \pm 0,02$ tr/min), sauf spécification contraire.

4.3 Dispositif de chauffage

Les chambres sont montées sur des (ou font partie de) plateaux équipés d'un dispositif de chauffage capable de maintenir la température des plateaux et celle de la chambre dans un intervalle de température d'essai de $\pm 0,5$ °C. Après insertion de l'éprouvette, les dispositifs doivent être capables de faire remonter la température de la chambre à $\pm 0,5$ °C de la température d'essai en 5 min.

4.4 Mesurage de température

La température d'essai est définie comme la température d'état stable de la chambre fermée avec rotor en place et la cavité vide.

Une sonde de température doit être présente dans chaque demi-chambre pour le mesurage de la température de la chambre. La sonde doit être placée de manière à avoir le meilleur contact calorifique possible avec la chambre, c'est-à-dire que l'on doit exclure toutes pertes de chaleur et autre résistance calorifique. Les axes des sondes doivent se trouver à une distance de 3 à 5 mm de la surface de travail des chambres et de 15 à 20 mm de l'axe de rotation du rotor. Le système de mesurage de la température doit être capable d'indiquer la température avec une précision de 0,25 °C.

4.5 Fermeture de la chambre

Les chambres doivent être fermées et maintenues fermées par des moyens hydrauliques, pneumatiques ou mécaniques. Une force de $11,5 \pm 0,5$ kN doit être maintenue sur la chambre pendant l'essai.

Une force plus grande peut être requise pour fermer la chambre lorsqu'on essaie des caoutchoucs de viscosité élevée; au moins 10 s avant de démarrer le viscosimètre, la force doit être réduite à $11,5 \pm 0,5$ kN et maintenue à ce niveau pendant toute la durée de l'essai.

NOTE — On admet une force de fermeture et de maintien de 8,0 kN si le caoutchouc a une viscosité inférieure à 50 unités Mooney.

Pour tous les types de dispositifs de fermeture, un morceau de papier éponge d'épaisseur ne dépassant pas 0,04 mm, placé entre les surfaces de contact, doit montrer une empreinte continue d'intensité uniforme, lorsque les chambres sont fermées. Une empreinte non uniforme indique un ajustement incorrect de la fermeture de la chambre, un accouplement défectueux ou usé des surfaces de contact ou une déformation de la chambre; n'importe laquelle de ces conditions donne des fuites et des résultats erronés.

4.6 Mesurage du couple et calibrage

Le moment du couple nécessaire pour faire tourner le rotor est rapporté ou indiqué sur une échelle linéaire graduée en unités Mooney. La lecture doit être zéro quand la machine marche à vide et $100 \pm 0,5$ quand on applique un couple de moment $8,30 \pm 0,02$ N.m à l'arbre du rotor. Donc, un couple de moment $0,083$ N.m est équivalent à 1 unité Mooney. On doit pouvoir lire l'échelle à 0,5 unité Mooney près. La variation à partir du zéro doit être inférieure à $\pm 0,5$ unité Mooney quand la machine marche avec le rotor en place, la chambre étant fermée et vide.

Le viscosimètre à disque par cisaillement doit être calibré tandis que la machine marche à la température d'essai. Une méthode convenable pour le calibrage de la plupart des machines est la suivante:

L'échelle est calibrée en appliquant des masses certifiées attachées avec un fil métallique flexible, de diamètre 0,45 mm, à un rotor approprié. Pendant le calibrage, on fait tourner le rotor à raison de 0,209 rad/s et les plateaux sont à la température d'essai spécifiée.

NOTES

- 1 Afin de vérifier la linéarité, on peut utiliser des masses intermédiaires pour couvrir les échelons de 25, 50 et 75 unités Mooney, respectivement.
- 2 On peut utiliser un échantillon de caoutchouc butyl de viscosité Mooney certifiée pour contrôler si la machine fonctionne correctement. On peut effectuer les mesurages à 100 ou 125 °C durant 8 min. On peut se procurer le caoutchouc auprès d'un centre national d'essai ou au National Bureau of Standards, Washington, DC, USA (désignation IIR-NBS-388).

5 Préparation des éprouvettes

Pour des caoutchoucs crus, l'échantillon pour essai doit être préparé suivant l'ISO 1796 (voir l'annexe de l'ISO 289). Pour des caoutchoucs composites, qui doivent subir des essais à des fins de référence, la prise d'essai doit être prélevée dans un mélange préparé suivant l'ISO 2393 et le matériau de référence relatif au caoutchouc.

On doit laisser reposer la prise d'essai à une température normale de laboratoire (voir ISO 471) durant au moins 30 min avant de procéder à l'essai. On ne doit pas commencer l'essai plus de 24 h après homogénéisation.

NOTE — La viscosité Mooney se trouve affectée par la manière suivant laquelle on prépare le caoutchouc et les conditions de stockage avant essai. En conséquence, le mode opératoire prescrit dans les méthodes d'évaluation du caoutchouc particulier doit être suivi rigoureusement.

L'éprouvette doit consister en deux disques de caoutchouc, d'environ 50 mm de diamètre de 6 mm d'épaisseur, suffisante pour remplir complètement la cavité de la chambre du viscosimètre. Les disques de caoutchouc doivent être aussi dépourvus

que possible d'air ainsi que de poches qui peuvent piéger de l'air contre le rotor et les surfaces de la chambre. Un trou est percé ou coupé par le centre d'un disque pour permettre l'insertion de la tige du rotor.

6 Température et durée de l'essai

L'essai doit être fait à $100 \pm 0,5$ °C ou $125 \pm 0,5$ °C durant 4 min ou 8 min, comme indiqué dans le tableau 2 (voir aussi ISO 1796).

Tableau 2 — Conditions d'essai pour différents types de caoutchouc

Type de caoutchouc	Température d'essai	Temps de marche du rotor
	°C	min
NR	100	4
IIR, BIIR, CIIR	100 ou 125*	8
EPDM, EPM	125	4
Autres caoutchoucs synthétiques, mélange maître de noir, et régénérés	100	4

* La température de 125 °C doit être utilisée chaque fois qu'un échantillon a une viscosité plus grande que 60 ML (1 + 8) 100 °C.

7 Mode opératoire

Chauffer la chambre et le rotor à la température d'essai et les laisser atteindre un état stable. Ouvrir la chambre, insérer la tige du rotor dans l'éprouvette et placer le rotor dans le viscosimètre. Placer la seconde éprouvette en position centrale sur le rotor et fermer la chambre aussi rapidement que possible.

NOTE — Dans le cas de matériaux de faible viscosité ou collants, on peut insérer, entre le caoutchouc et les surfaces de la chambre, un film stable à la chaleur, par exemple de polyester, d'environ 0,03 mm d'épaisseur, afin de faciliter l'enlèvement de l'échantillon après essai. L'emploi d'un tel film peut affecter les résultats d'essai.

Noter l'instant auquel la chambre est fermée et laisser le caoutchouc préchauffer durant 1 min. Démarrer le rotor; le temps de marche doit être tel qu'indiqué dans le tableau 2. Si la viscosité n'est pas enregistrée en continu, observer l'échelle durant les 30 s d'intervalle précédant le temps de lecture spécifié et rapporter la valeur minimale, à 0,5 unité Mooney près, comme étant la viscosité. À des fins de référence, faire des lectures à des intervalles de 5 s, de 1 min avant et 1 min après le temps spécifié. Tracer une courbe lissée en la faisant passer par les points mini des fluctuations périodiques ou par tous les points s'il n'y a pas de fluctuations. Prendre pour viscosité le point où la courbe intercepte le temps spécifié. Si l'on utilise un enregistreur, prendre la viscosité sur la courbe de la même manière que cela est spécifié pour la courbe tracée.

NOTE — Pour contrôler si la température de l'éprouvette est à la température d'essai au moment le plus favorable à l'essai (4 ou 8 min), on peut insérer deux sondes de mesure par thermocouple dans l'échantillon, comme représenté à la figure 4. Dans un essai préliminaire avec l'éprouvette à mesurer, on arrête le moteur après une période de rotation respective de 3,5 ou 7,5 min et, immédiatement après le repos en résultant, on introduit les deux sondes de mesure de sorte qu'après 4 ou 8 min, on puisse lire les deux températures moyennes d'éprouvettes. La tolérance en température doit se situer entre 0,0 et -2 °C.

Les gradients de température dans l'éprouvette et le taux de transfert de la chaleur varient avec les viscosimètres, particulièrement si l'on emploie différents types de chauffage. Donc, on peut s'attendre à ce que les valeurs obtenues avec différents viscosimètres soient plus comparables après que le caoutchouc aura atteint la température d'essai. Généralement, on atteint cette condition en 10 min après la fermeture de la chambre.

8 Expression des résultats

8.1 Présentation

Les résultats d'un essai type doivent être rapportés comme suit:

50 ML (1 + 4) 100 °C

où

50 M est la viscosité, en unités Mooney;

L indique que l'on a utilisé un grand rotor (S indiquerait l'utilisation d'un petit rotor);

1 est le temps de préchauffage, en minutes, avant le démarrage du rotor;

4 est le temps de marche, en minutes, après le démarrage du rotor, au terme duquel on fait la lecture finale;

100 °C est la température d'essai.

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité

Dans la gamme des viscosités allant de 40 à 60 unités Mooney, l'écart-type de répétabilité (même opérateur, même appareil, même laboratoire et court intervalle de temps) d'un échantillon uniforme de caoutchouc est d'environ 0,2 unité Mooney. La variation dans la préparation de l'échantillon donne des écarts-types d'environ 1 unité Mooney.

L'écart-type de répétabilité augmente lorsque la viscosité augmente.

L'utilisation d'éprouvettes à volume constant diminue l'écart-type de répétabilité.

8.2.2 Reproductibilité

Dans la gamme des viscosités allant de 40 à 60 unités Mooney, l'écart-type de reproductibilité (opérateurs différents, appareils différents, laboratoires différents et/ou époques différentes) d'un échantillon uniforme de caoutchouc va jusqu'à 2 unités Mooney.

Dans des cas spéciaux, la variabilité entre laboratoires peut même causer des variations plus grandes dans les résultats. Une partie de la variabilité interlaboratoire est due à la préparation de l'échantillon et en partie à des différences dans le calibrage ou l'ajustement du viscosimètre.

L'écart-type de reproductibilité augmente lorsque la viscosité augmente.

L'utilisation d'éprouvettes à volume constant diminue l'écart-type de reproductibilité.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les informations suivantes:

a) une description complète de l'échantillon soumis à l'essai, comprenant

- 1) son origine,
- 2) la préparation des éprouvettes, par exemple mode opératoire de meulage (voir ISO 1796 ou l'annexe de l'ISO 289),
- 3) des détails concernant les mélanges de caoutchouc, le cas échéant;

b) la référence à la présente Norme internationale;

c) une description de l'appareil utilisé, comprenant

- 1) le modèle et le nom du fabricant,
- 2) la taille du rotor,
- 3) le type de chambre;

d) des détails concernant les conditions d'essai (voir 8.1), comprenant

- 1) la température d'essai (100 ou 125 °C),
- 2) le temps de préchauffage, s'il est différent de 1 min,
- 3) le temps de marche (4 ou 8 min),
- 4) la vitesse angulaire du rotor, si elle est différente de 0,209 rad/s,
- 5) la force de fermeture et de maintien, si elle est différente de 11,5 kN;

e) la valeur de la viscosité Mooney (voir chapitre 8);

f) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou facultative;

g) la date de l'essai.

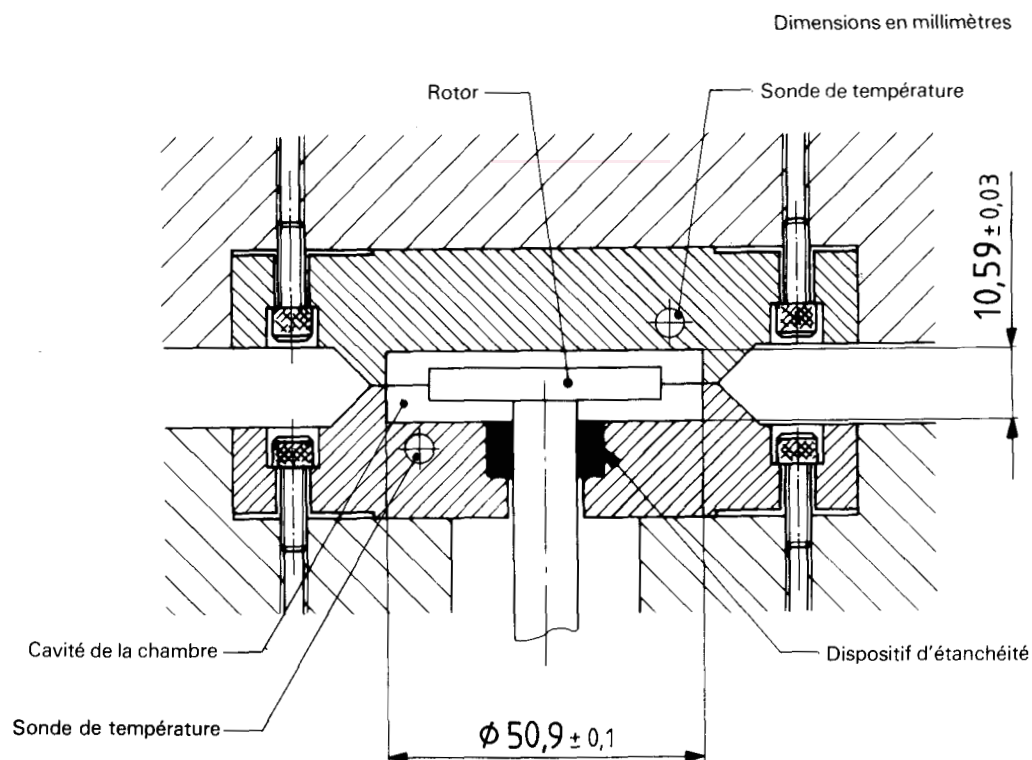


Figure 1 — Viscosimètre type à disque de cisaillement

Dimensions en millimètres

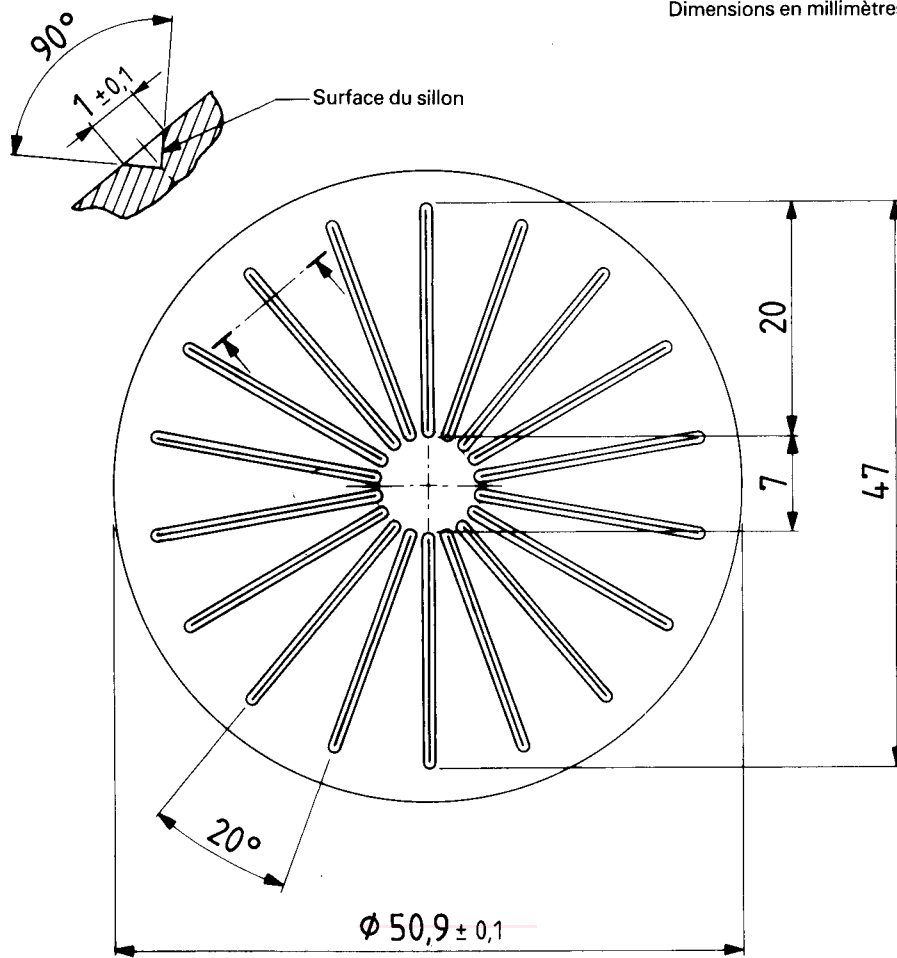


Figure 2 — Disque du rotor avec sillons en V

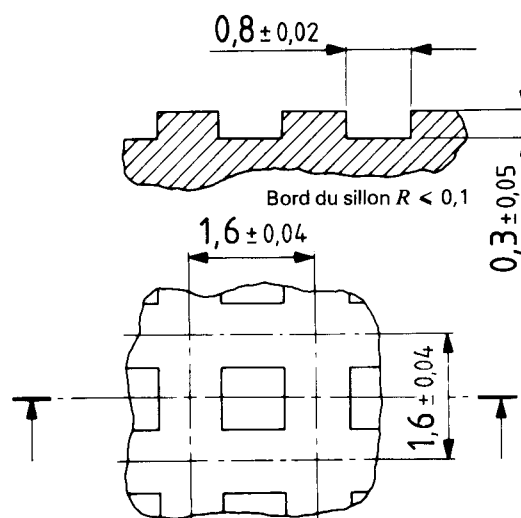


Figure 3 — Sillons avec section rectangulaire du disque et du rotor

Dimensions en millimètres

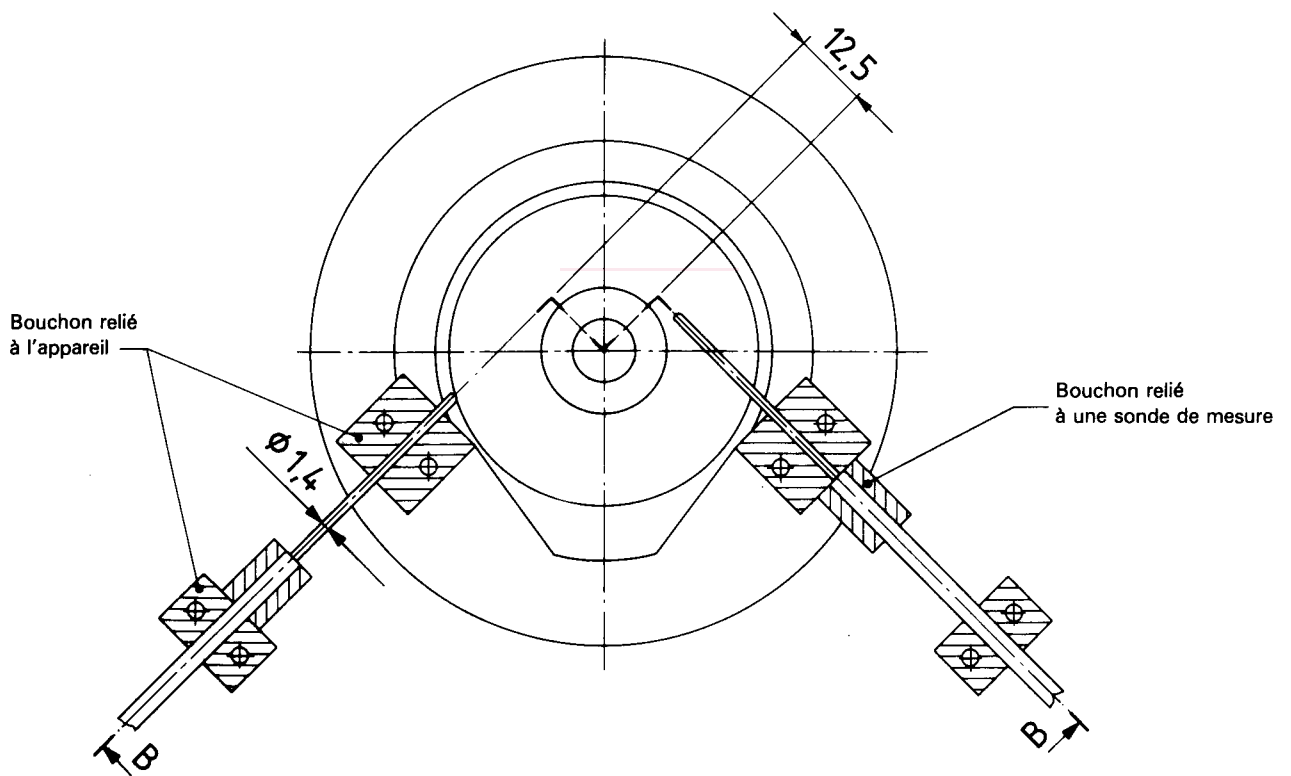
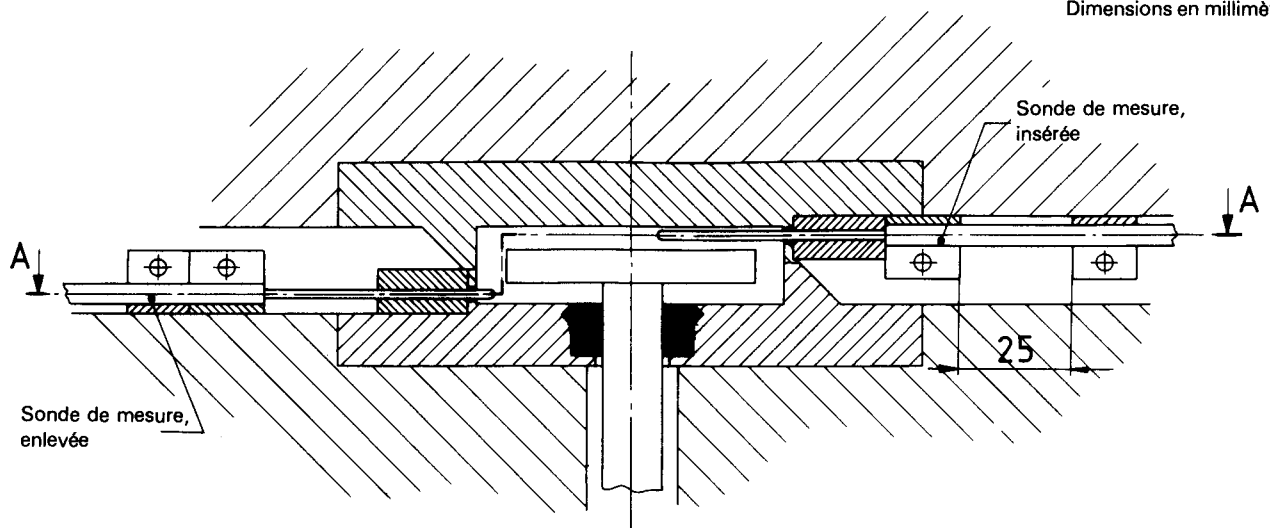


Figure 4 — Positionnement de la sonde de mesure

Annexe

Méthodes de préparation des échantillons pour l'essai de la viscosité Mooney

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

Les conditions opératoires de ces méthodes, lesquelles sont spécifiées dans l'ISO 1796, sont résumées dans le tableau 3.

Tableau 3 — Préparation des échantillons pour différents types de caoutchoucs

Type de caoutchouc	Température de la surface des cylindres du mélangeur	Écartement des cylindres	Nombre de passes
	°C	mm	
NR	70 ± 5	1,3 ± 0,15	10
Caoutchouc synthétique (excepté IIR, BIIR, CIIR, BR, CR, EPDM et EPM)	50 ± 5	1,4 ± 0,15	10
IIR, BIIR et CIIR ¹⁾	— ²⁾		
BR	35 ± 5	1,4 ± 0,15	10
CR	20 ± 5	0,4 ± 0,05	2
EPDM, EPM	35 ± 5	1,4 ± 0,15	10
Mélange maître de noir	50 ± 5	1,4 ± 0,15	10
Mélange composite et caoutchouc régénéré	— ²⁾		

1) Lorsqu'on essaye des caoutchoucs butyl (IIR, BIIR et CIIR) sous forme de poudre, on doit les mettre en masse par la méthode indiquée pour les caoutchoucs synthétiques.

2) Pas de passage sur cylindre.

NOTE — Les autres températures de la surface des cylindres du mélangeur pour BR, CR, EPDM et EPM sont données en notes dans l'ISO 1796 et sont donc facultatives.

