

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
289-1**

Третье издание
2014-02-01

Каучук невулканизованный. Определения вязкости вискозиметром со сдвиговым диском.

Часть 1.

Определение вязкости по Муни

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

Part 1: Determination of Moony viscosity

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d41eda7d-7ff4-4fb3-952f-65066dc1f67a/iso-289-1-2014>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 289-1:2014(R)

© ISO 2014

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 289-1:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d41eda7d-7ff4-4fb3-952f-65066dc1f67a/iso-289-1-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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.ch

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Сущность метода.....	1
4 Аппаратура	2
5 Подготовка испытуемого образца	7
6 Температура и продолжительность испытания.....	7
7 Проведение испытания	7
8 Обработка результатов	8
9 Прецизионность.....	8
10 Протокол испытания.....	8
Приложение А (информативное) Заявление о прецизионности.....	10
Приложение В (информативное) Термостойкая пленка для измерений вязкости по Муни	13
Приложение С (нормативное) График калибровки	16

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 289-1:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d41eda7d-7ff4-4fb3-952f-65066dc1f67a/iso-289-1-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d41eda7d-7ff4-4fb3-952f-65066dc1f67a/iso-289-1-2014>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC Directives, Part 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC Directives, Part 2. www.iso.org/directives.

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлений о патентном праве. www.iso.org/patents.

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

Для пояснения значений конкретных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информация о соблюдении Международной организацией ISO принципов ВТО по техническим барьерам в торговле (ТБТ), см. следующий унифицированный локатор ресурса (URL): [Foreword - Supplementary information](#).

За данный документ несет ответственность технический комитет ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитет SC 2, *Испытания и анализ*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 289-1:2005) после технического пересмотра. В ходе пересмотра были внесены следующие небольшие изменения:

- Актуализировано Приложение А;
- Актуализировано Приложение В;
- Добавлено Приложение С.

ISO 289 состоит из следующих частей под общим названием *Каучук невулканизированный. Определения вязкости вискозиметром со сдвиговым диском*:

- *Часть 1. Определение вязкости по Муни*
- *Часть 2. Определение характеристик предварительной вулканизации*
- *Часть 3. Определение показателя Дельта Муни неокрашенного, маслонеполненного полимеризованного в эмульсии бутадиенстирольного каучука*
- *Часть 4. Определение скорости релаксации напряжений по Муни*

Каучук невулканизированный. Определения вязкости вискозиметром со сдвиговым диском.

Часть 1.

Определение вязкости по Муни

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Пользователи данной части ISO 289 международного стандарта должны быть знакомы с установившейся лабораторной практикой. В цели данной части ISO 289 не входит решение всех проблем безопасности, если таковые имеются, связанных с его применением. Пользователь сам несет ответственность за установление соответствующих правил по безопасности и охране здоровья и обеспечение соответствия национальным регламентам

1 Область применения

Настоящая часть ISO 289 задает метод, использующий вискозиметр со сдвиговым диском для измерения вязкости по Муни не наполненных и наполненных резиновых смесей.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы являются обязательными для применения с настоящим международным стандартом. Для датированных ссылок применяется только указанное по тексту издание. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 1795, *Каучук сырой натуральный и синтетический. Отбор образцов и процедуры их приготовления*

ISO 2393, *Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы*

ISO 6508-1, *Материалы металлические. Определение твердости по Роквеллу. Часть 1. Метод определения*

ISO/TR 9272, *Каучук и каучуковые изделия. Определение прецизионности для стандартов на методы испытаний*

ISO 18899:2013, *Каучук и резина. Руководство по калибровке испытательного оборудования*

ISO 23529, *Каучук и резина. Общие процедуры приготовления и кондиционирования образцов для испытаний физических свойств*

3 Сущность метода

Измеряют крутящий момент, который должен прикладываться в заданных условиях, предполагающих вращение металлического диска в цилиндрической камере, образованной подогнанными полуформами, заполненной каучуком. Соппротивление, создаваемое каучуком такому вращению, выражают в произвольных единицах как вязкость по Муни испытуемого образца.

4 Аппаратура

4.1 Общие положения

4.1.1 Типовой вискозиметр со сдвиговым диском (См. Рисунок 1), состоящий из

- a) две полуформы, образующие цилиндрическую полость;
- b) ротор;
- c) средства для поддержания полуформ при постоянной температуре;
- d) средства для поддержания заданного давления смыкания;
- e) средства для вращения ротора с постоянной угловой скоростью;
- f) средства индикации крутящего момента, требуемого для вращения ротора.

Ротор и полость формы имеют размеры в соответствии с Таблицей 1.

Таблица 1 — Размеры основных частей аппарата

Часть	Размер мм
Диаметр ротора	$38,10 \pm 0,03$
Толщина ротора	$5,54 \pm 0,03$
Диаметр полости формы	$50,9 \pm 0,1$
Глубина полости формы	$10,59 \pm 0,03$

ПРИМЕЧАНИЕ Обычно ротор с такими размерами называют большим ротором.

Допускается использовать ротор меньших размеров, там где это необходимо ввиду высокой вязкости. Такой малый ротор должен иметь такие же размеры, как и большой ротор, за исключением диаметра, который допускается равным $30,48 \text{ мм} \pm 0,03 \text{ мм}$. Результаты, полученные с малым ротором не идентичны результатам, полученным при использовании большого ротора.

4.2 Полуформы

Две полуформы, образующие полость, должны быть изготовлены из недеформируемой закаленной стали без гальванических покрытий, имеющей минимальную твердость по шкале Роквелла 60 HRC (см. ISO 6508-1). Размеры полости показаны на Рисунке 1 и должны отмеряться от самых верхних поверхностей. Для хорошей теплопередачи каждую полуформу рекомендуется (предпочтительно) изготавливать из цельного куска стали. Плоские поверхности должны иметь радиальные канавки V-образного профиля, чтобы предотвратить скольжение. Канавки должны располагаться радиально с интервалом 20° и продолжаться таким образом, чтобы круг, образованный дальними от центра концами канавок, имел диаметр 47 мм, а круг, образованный ближними к центру концами — 7 мм для верхней полуформы и в пределах 1,5 мм от отверстия для нижней полуформы. Каждая канавка должна образовать угол 90° с биссектрисами углов, образованных перпендикуляром к поверхности и поверхностью, и должна иметь ширину у поверхности равную $1,0 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$ (см. Рисунок 2).

4.3 Ротор

Ротор должен быть изготовлен из недеформируемой закаленной стали без гальванических покрытий, имеющей минимальную твердость по шкале Роквелла 60 HRC. Поверхности ротора должны иметь

канавки прямоугольного сечения шириной $0,80 \text{ мм} \pm 0,02 \text{ мм}$ единой глубины $0,30 \text{ мм} \pm 0,05 \text{ мм}$, расположенные на расстоянии $1,60 \text{ мм} \pm 0,04 \text{ мм}$ друг от друга (расстояние между центральными осями). Плоские поверхности ротора должны иметь по два набора таких канавок, расположенных под прямым углом друг к другу (см. Рисунок 3). По краю ротора должны проходить вертикальные канавки аналогичных размеров. Большой ротор должен иметь 75 вертикальных канавок, а малый ротор – 60. Ротор закрепляют под прямыми углами к оси, имеющей диаметр $10 \text{ мм} \pm 1 \text{ мм}$ и такую длину, чтобы в закрытой полости формы зазор над ротором не отличался от нижнего зазора более чем на $0,25 \text{ мм}$. Ось ротора должна упираться в шпindel, который поворачивает эту ось, а не в стенку полости формы. Зазор в той точке, где ось ротора входит в полость, должен быть достаточно мал, чтобы каучук не выходил из полости. В этой точке можно использовать резиновую втулку, уплотнительное кольцо или другое уплотняющее приспособление.

Эксцентриситет или биение ротора при вращении в вискозиметре не должны превышать $0,1 \text{ мм}$.

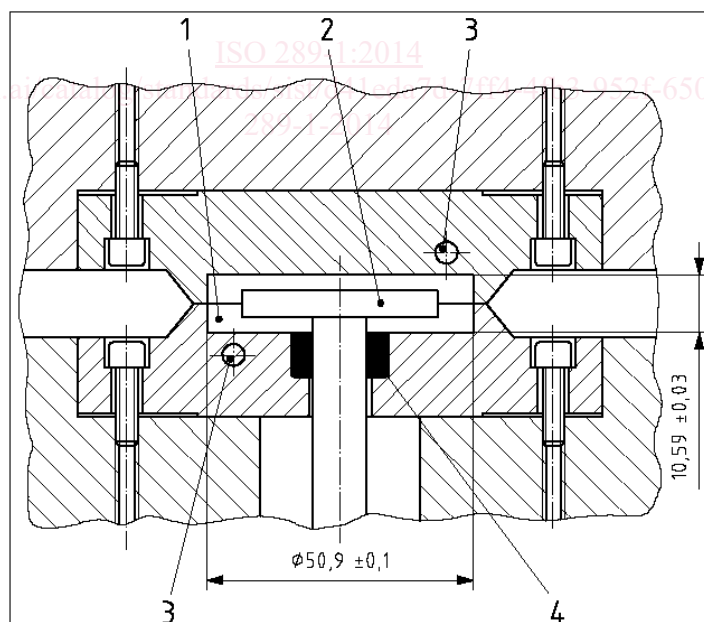
Угловая скорость ротора должна равняться $0,209 \text{ рад/с} \pm 0,002 \text{ рад/с}$ ($2,00 \text{ об/мин} \pm 0,02 \text{ об/мин}$).

4.4 Нагреватель

Полуформы устанавливают на плиты (или они составляют часть этих плит), оснащенные нагревателем, обеспечивающим поддержание температуры плит и, соответственно, полуформ в пределах $\pm 0,5^\circ\text{C}$ от температуры испытания. После помещения в полость испытуемого образца нагреватель должен обеспечить возвращение температуры полуформ к температуре испытания в пределах $\pm 0,5^\circ\text{C}$ в течение 4 мин.

ПРИМЕЧАНИЕ Более старое оборудование может не соответствовать этим требованиям и давать результаты с меньшей воспроизводимостью.

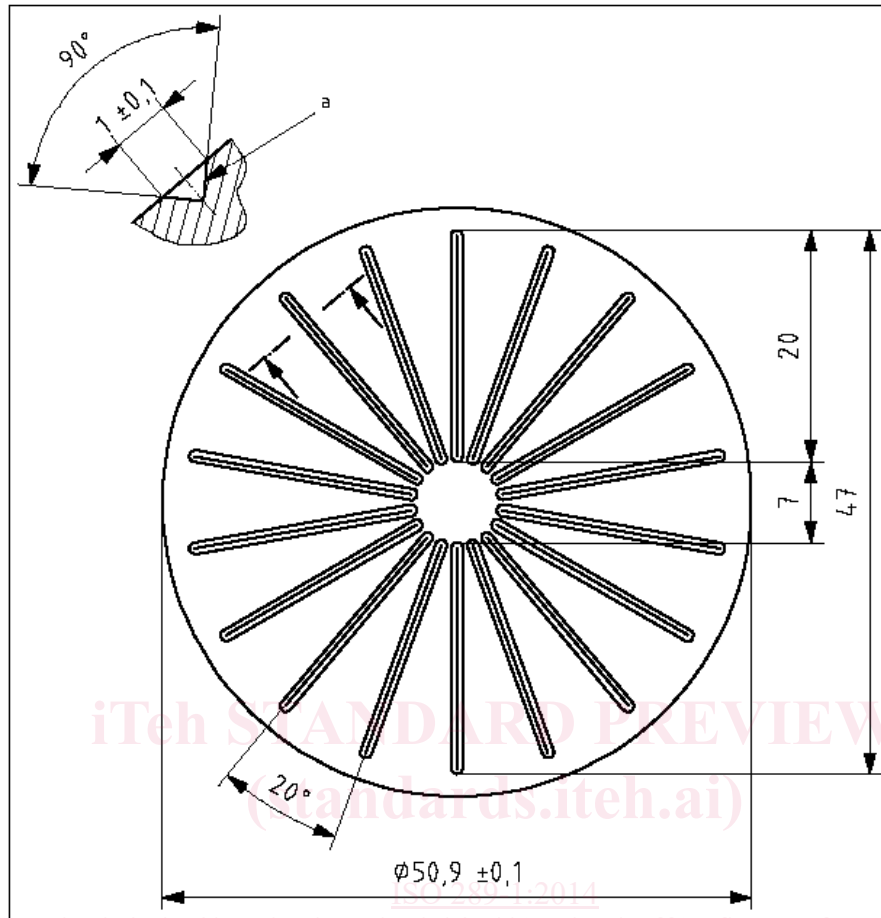
Размеры в миллиметрах



Обозначение

- 1 полость формы
- 2 ротор
- 3 датчик температуры
- 4 уплотнительное приспособление

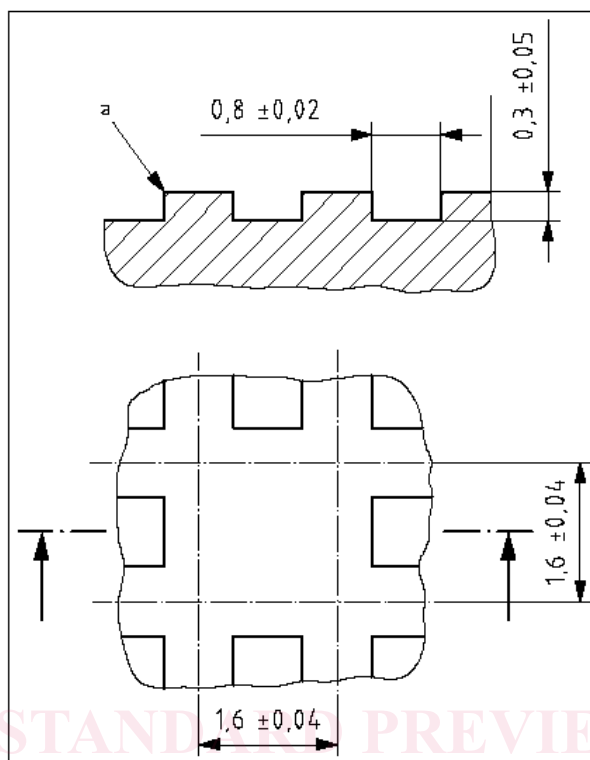
Рисунок 1 — Типовой вискозиметр со сдвиговым диском



Обозначение

^a Сечение канавки

Рисунок 2 — Полуформа с радиальными канавками V-образного профиля



Обозначение

- ^a R скругления у кромки канавки $\leq 0,1$ мм

Рисунок 3 — Ротор с вертикальными канавками прямоугольного профиля

4.5 Система измерения температуры

4.5.1 Температуру испытания определяют как температуру устойчивого состояния сомкнутых полуформ с ротором внутри и пустой полостью. Эту температуру измеряют двумя термоэлектрическими измерительными зондами, которые можно для этой цели вставить в полость, как показано на Рисунке 4. Такие измерительные зонды также используют для проверки температуры испытуемого образца в соответствии с 7.2.

4.5.2 Чтобы контролировать подвод тепла к полуформам, должен иметься датчик температуры в каждой полуформе для измерения ее температуры. Этот датчик должен располагаться так, чтобы наилучшим образом обеспечить тепловой контакт с полуформами, т.е. необходимо исключить зазоры и другие виды теплоизоляции. Оси датчиков должны располагаться на расстоянии от 3 мм до 5 мм от рабочей поверхности полуформ и от 15 мм до 20 мм от вращающейся оси ротора (см. Рисунок 1).

4.5.3 Термоэлектрические измерительные зонды и датчики температуры должны обеспечивать индикацию температуры с точностью до $\pm 0,25$ °C.

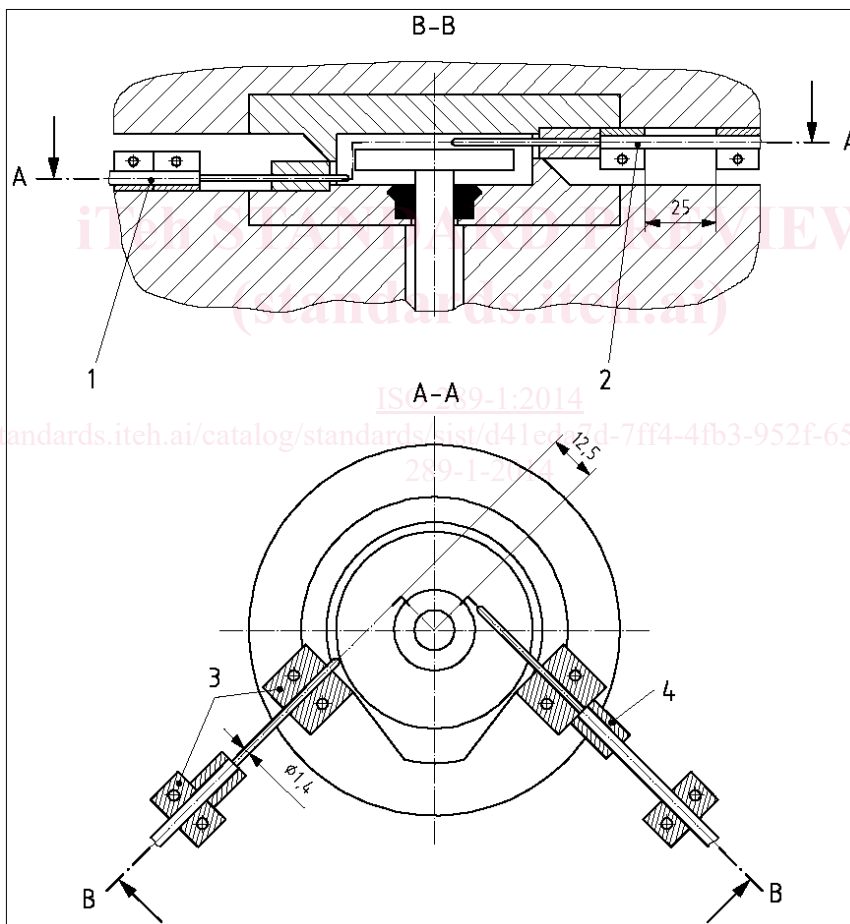
4.6 Система смыкания полуформ

Полуформы можно смыкать и удерживать в сомкнутом положении с помощью гидравлических, пневматических и механических средств. Должно поддерживаться усилие равное $11,5 \text{ кН} \pm 0,5 \text{ кН}$ на полуформы в течение испытания.

Может потребоваться большее усилие для смыкания полуформ, когда испытывают каучуки высокой вязкости; в таких случаях не менее чем за 10 с до включения вискозиметра усилие должно быть уменьшено до $11,5 \text{ кН} \pm 0,5 \text{ кН}$ и поддерживаться на этом уровне в течение испытания.

Для всех типов смыкающего приспособления мягкая бумажная салфетка, толщиной не более 0,04 мм, помещенная между смыкающимися поверхностями, должна демонстрировать при смыкании полуформ непрерывный след равномерной глубины. Неравномерный след свидетельствует о неправильной установке стыка полуформ, износе или несовпадении поверхностей или деформации полуформ; любой из этих вариантов может привести к утечке и ошибочным результатам.

Размеры в миллиметрах



Обозначение

- 1 измерительный зонд, выведен
- 2 измерительный зонд, вставлен
- 3 стопор, присоединенный к аппарату
- 4 стопор, присоединенный к измерительному зонду

Рисунок 4 — Конструкция измерительного зонда

4.7 Устройство для измерения крутящего момента и его калибровка

Крутящий момент, требуемый для поворота ротора, регистрируется или показывается на линейной шкале, градуированной в единицах Муни. Показание должно равняться нулю, когда аппарат работает вхолостую (пустая полость), и $100 \pm 0,5$, когда к оси ротора приложен крутящий момент равный $8,30 \text{ Н}\cdot\text{м} \pm 0,02 \text{ Н}\cdot\text{м}$. Следовательно, крутящий момент равный $0,83 \text{ Н}\cdot\text{м}$ эквивалентен 1 единице Муни. Шкала должна обеспечивать считывание 0,5 единицы Муни. Колебания у нуля должны быть меньше $\pm 0,5$ единицы Муни, когда аппарат работает с ротором в полости и полуформы сомкнуты, а полость пуста.

Если вискозиметр оснащен пружиной для извлечения ротора, калибровка нуля должна выполняться при открытых полуформах, так чтобы ротор не был прижат к верхней полуформе.

Вискозиметр необходимо калибровать при работе аппарата при температуре испытания. Подходящим методом калибровки большинства аппаратов является следующий:

Шкалу калибруют по показанию 100 путем приложения сертифицированных грузов, прикрепленных мягкой проволокой диаметром 0,45 мм к соответствующему ротору. В процессе калибровки ротор вращают со скоростью 0,209 рад/с, и плиты поддерживают заданную температуру испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ Чтобы проверить линейность, можно использовать промежуточные грузы, дающие показания шкалы равные 25, 50 и 75 единиц Муни соответственно. Кроме того, можно использовать образец бутилового каучука, имеющий сертифицированную вязкость по Муни, для проверки правильности работы аппарата. Измерения можно выполнять при температуре $100 \text{ }^\circ\text{C}$ или $125 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 8 мин.

5 Подготовка испытуемого образца

Для не наполненных каучуков испытуемый образец должен подготавливаться в соответствии с ISO 1795 и соответствующим стандартом на испытуемый каучук. Для наполненных резин, которые испытывают для арбитражных целей, испытуемый образец должен браться от резиновой смеси, приготовленной в соответствии с ISO 2393 и соответствующим стандартом на испытуемый материал.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d41eda7d-7ff4-4fb3-952f-65066dc1f67a/iso-23529>
Испытуемый образец должен выдерживаться при стандартной лабораторной температуре (см. ISO 23529) в течение не менее 30 мин перед выполнением испытания. Испытание необходимо проводить в течение не менее 24 ч (не позднее) после гомогенизации.

На вязкость по Муни влияет способ приготовления резиновой смеси и условия хранения. Соответственно необходимо строго придерживаться предписанной процедуры в методах оценки конкретного каучука.

Испытуемый образец должен состоять из двух дисков каучука диаметром около 50 мм и толщиной примерно 6 мм, достаточных для того, чтобы полностью заполнить полость формы вискозиметра. Эти диски не должны, по возможности, включать воздух и карманы (полости, выемки), в которые воздух может попасть с поверхности ротора и полуформ. В центре одного из дисков должно быть проколото или прорезано отверстие, через которое можно вставить ось ротора.

6 Температура и продолжительность испытания

Испытание проводят при температуре $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 4 мин, если не оговорено иначе в соответствующем стандарте на материал.

7 Проведение испытания

7.1 Нагревают полуформы и ротор до температуры испытания и выдерживают до устойчивого состояния. Открывают полуформы, пропускают ось ротора через отверстие в проколотом диске испытуемого образца и вставляют ротор в вискозиметр. Непроколотый диск помещают по центру на ротор и смыкают полуформы, по возможности, быстро.