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

Partie 4:

**Détermination du taux de relaxation
de contrainte Mooney**

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

Part 4: Determination of the Mooney stress-relaxation rate

[ISO/TS 289-4:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4521f930-0efb-4a40-9f4a-069265994d3d/iso-ts-289-4-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4521f930-0efb-4a40-9f4a-069265994d3d/iso-ts-289-4-2017>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO/TS 289-4:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4521f930-0efb-4a40-9f4a-069265994d3d/iso-ts-289-4-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4521f930-0efb-4a40-9f4a-069265994d3d/iso-ts-289-4-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

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 Étalonnage	4
7 Préparation de l'éprouvette	4
8 Température et durée de l'essai	4
9 Mode opératoire	4
10 Calcul et expression des résultats	4
11 Fidélité	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Déclaration de fidélité	7
Annexe B (normative) Programme d'étalonnage	11
Bibliographie	12

iteh Standards
<https://standards.iteh.ai>
 Document Preview

[ISO/TS 289-4:2017](https://standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4521f930-0efb-4a40-9f4a-069265994d3d/iso-ts-289-4-2017>

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 le lien suivant: 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*. 211930-0efb-4a40-9f4a-069265994d3d/iso-ts-289-4-2017

Cette première édition de l'ISO/TS 289-4 annule et remplace l'ISO 289-4:2003, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont:

- la publication en tant que Spécification technique ISO au lieu de Norme internationale;
- l'ajout de l'[Annexe B](#).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 289 se trouve sur le site web de l'ISO.

Introduction

L'indice consistométrique Mooney, tel que défini 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.^[2] Il ne fournit aucune information concernant l'élasticité des caoutchoucs à l'état brut et non vulcanisés.^[3] 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, sont, pour l'instant, trop compliqués pour être utilisés comme outils de contrôle qualité normalisés.

Comme décrit dans la littérature,^[4] 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 non formulé ou sous forme de mélange.^[5] Les mesurages de la relaxation de contrainte Mooney ont été proposés comme un outil de contrôle qualité^{[6][7]}.

La méthode à intervalle court décrite dans le présent document 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, c'est-à-dire la vitesse de diminution du couple en fonction du temps^{[8][9][10][11]}.

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^{[12][13][14][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.

La décision de publier ce document en tant que Spécification technique au lieu d'une Norme internationale est basée sur le fait que la méthode du présent document était nouvelle et pas assez largement pratiquée au moment de son développement.

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

Le présent document spécifie une méthode utilisant un consistomètre à disque de cisaillement pour mesurer le taux de relaxation de contrainte Mooney (MSR) des caoutchoucs non vulcanisés, sous forme de mélange ou non, caractérisant la réponse élastique de ces matériaux ainsi que la réponse visqueuse mesurée par l'indice consistométrique Mooney. L'utilisation prévue de ce document concerne les mesures de contrôle qualité.

2 Références normatives

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 289-1:2015, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney*

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

[ISO/TS 289-4:2017](https://standards.iteh.ai/ISO/TS-289-4-2017)

<https://standards.iteh.ai/standards/iso/4521/f930-0efb-4a40-9f4a-069265994d3d/iso-ts-289-4-2017>

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions 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:

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

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

3.1

taux de relaxation de contrainte Mooney

MSR

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

Note 1 à l'article: 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

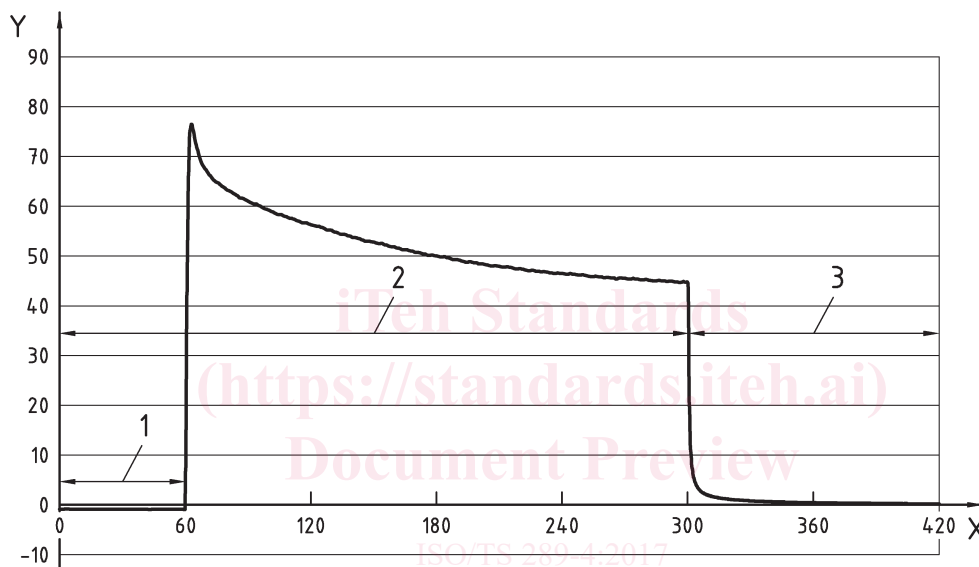
L'essai consiste à déterminer la diminution du couple Mooney juste après avoir déterminé l'indice consistométrique Mooney. Après avoir brusquement arrêté le rotor une fois l'indice consistométrique

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[16].

5 Appareillage

L'appareillage spécifié dans l'ISO 289-1 et étalonné conformément à celle-ci doit être utilisé. 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.

Le couple zéro n'est pas le même pour un rotor fixe et pour un rotor en rotation. Avant chaque mesure, 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 représenté à la [Figure 1](#).



<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4521f930-0efb-4a40-9f4a-069265994d3d/iso-ts-289-4-2017>

Légende

- 1 période de préchauffage
- 2 indice consistométrique Mooney
- 3 relaxation de contrainte
- X temps, t , s
- Y couple, T , points Mooney

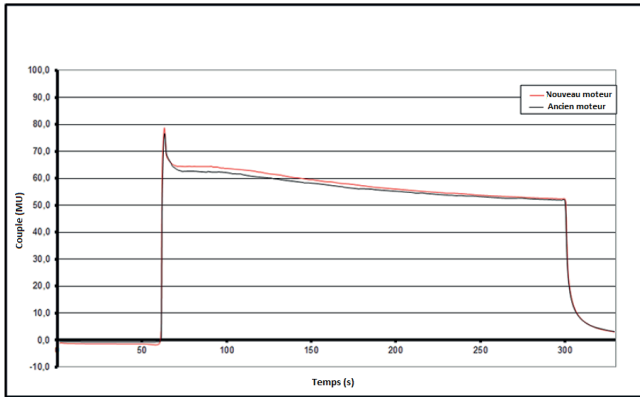
Figure 1 — Courbe de l'indice consistométrique Mooney avec relaxation de contrainte Mooney

L'utilisation d'un film barrière est recommandée. Le type de polymère et l'épaisseur de ce film peuvent affecter les résultats comme décrit dans l'ISO 289-1.

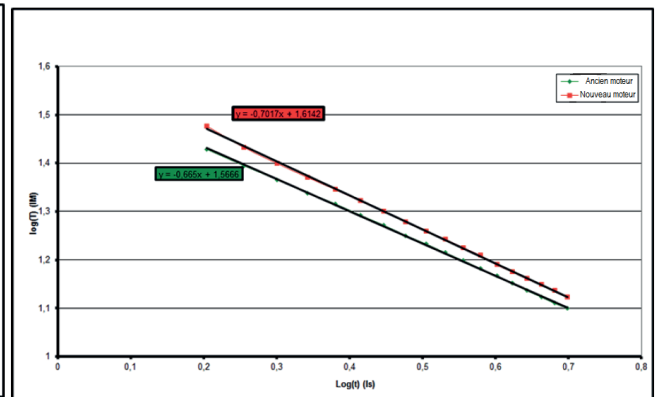
Comme indiqué ci-dessus, il convient que l'appareil puisse arrêter la rotation du disque dans les 0,1 s. Les [Figures 2 a\), b\), c\) et d\)](#) indiquent clairement que ce n'est pas toujours le cas. Les mesures avec un butyl IRM241D certifié sur un appareil dont le moteur (ancien) a été remplacé par un autre type de moteur (nouveau) ont donné des valeurs MSR différentes, respectivement 0,662 par rapport à 0,702. Comme le montre la [Figure 2 b\)](#), des tracés logarithmiques différents du couple par rapport au temps ont été trouvés pour l'ancien et le nouveau moteur. L'analyse des données de mesures individuelles a montré des pentes différentes dans les courbes de relaxation dans la plage de 301,6 s et 305 s [[Figure 2 c\)](#)]. L'analyse du moment de l'arrêt du moteur a montré que l'ancien moteur s'arrête de 0,1 s à 0,2 s avant et le nouveau moteur de 0,3 s à 0,4 s après le moment d'arrêt pré-décrié de 300 s. En principe, les deux types de moteurs ne répondent pas aux exigences d'arrêt. Par conséquent, il convient de prendre soin

de comparer les données MSR des différents appareils. Il convient d'étudier tout d'abord l'influence de l'appareillage.

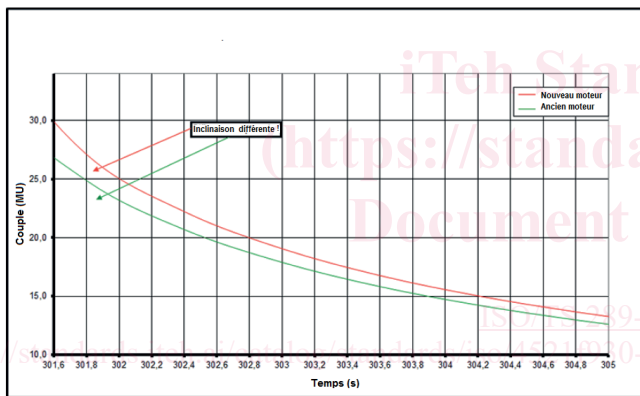
Dans le but de comparer les données obtenues avec les différents moteurs, les courbes MSR ont été décalées l'une sur l'autre et les données MSR ont été recalculées [Figure 2 e) et f)]. Ce type d'ajustement de courbe pourrait être une solution.



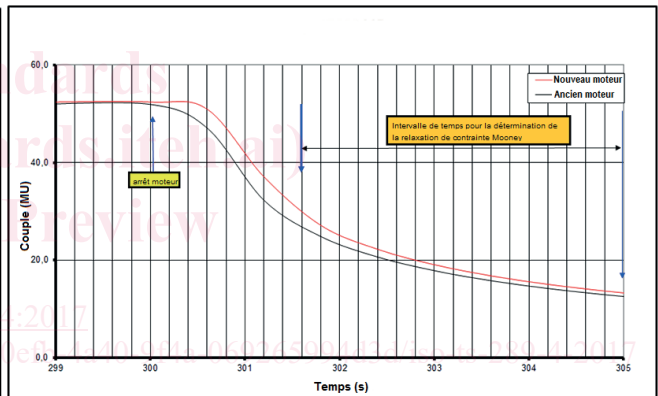
a)



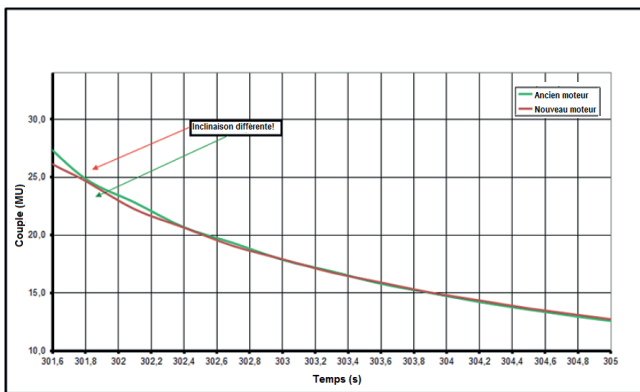
b)



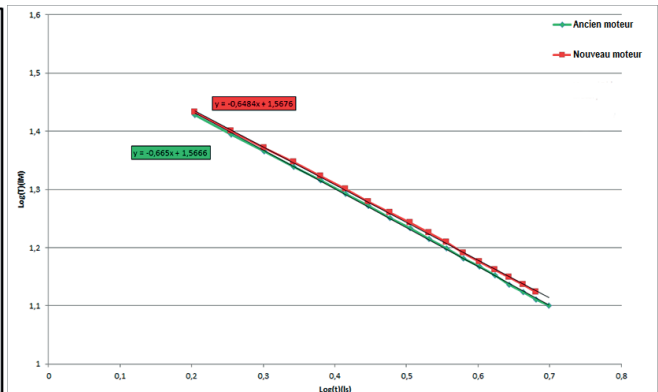
c)



d)



e)



f)

Figure 2 — Illustration de l'influence du moteur

6 Étalonnage

L'appareillage d'essai doit être étalonné conformément au programme donné dans l'[Annexe B](#).

7 Préparation de l'éprouvette

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

8 Température et durée de l'essai

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

9 Mode opératoire

Réaliser l'essai suivant le mode opératoire décrit dans l'ISO 289-1:2015, 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.

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

À la fin de l'essai de viscosité, 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 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 relaxé 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 de relaxation sont à contrôler 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](#) présente un graphique typique d'une mesure de l'indice consistométrique Mooney suivi d'un essai de relaxation de contrainte.

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. Cela est dû à une diminution du rapport bruit/signal lorsque les temps de relaxation augmentent. La plupart du travail effectué lors de l'élaboration du présent document s'est appuyé sur de l'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.^{[17][18]} 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.

10 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 (log-log) comme indiqué à la [Figure 3](#), et b) à calculer les constantes du modèle de loi puissance de la réponse du matériau tel que représenté par la [Formule \(1\)](#).

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

où