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

Partie 1:

**Détermination de l'indice
consistométrique Mooney**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber, unvulcanized — Determinations using a shearing-disc
viscometer — 2015*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb49b6f2ech-4700-a0f9-cf583c6de1d9/iso-289-1-2015>
Part 1: Determination of Mooney viscosity



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 289-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ffb49b6f-2ecb-4700-a0f0-cf583c6de1d9/iso-289-1-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, 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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage	2
4.1 Consistomètre à disque de cisaillement type.....	2
4.2 Demi-chambres.....	2
4.3 Rotor.....	2
4.4 Dispositif de chauffage.....	3
4.5 Système de mesurage de la température.....	5
4.6 Moyen de fermeture de la chambre.....	5
4.7 Dispositif de mesurage du couple et son calibrage.....	6
5 Préparation de l'éprouvette	7
6 Température et durée de l'essai	7
7 Mode opératoire	7
8 Expression des résultats	8
9 Fidélité	8
10 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Données de fidélité	10
Annexe B (informative) Film thermostable pour mesurages de l'indice consistométrique Mooney	13
Annexe C (normative) Programme d'étalonnage	16

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 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. 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/4966f-2ecb-4700-a010-cf583c6de1d9/iso-289-1-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 289-1:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique afin d'améliorer le programme d'étalonnage.

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 polymérisé en émulsion, étendu à l'huile, non pigmenté*
- *Partie 4: Détermination du taux de relaxation de contrainte Mooney*

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

Partie 1:

Détermination de l'indice consistométrique Mooney

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente partie de l'ISO 289 connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 289 n'a pas pour objet 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 s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 289 spécifie une méthode utilisant un consistomètre à disque de cisaillement pour mesurer l'indice consistométrique Mooney des caoutchoucs à l'état brut ou en mélange.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables à son application. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1795, *Caoutchouc naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et modes opératoires*

ISO 6508-1, *Matériaux métalliques — Essai de dureté Rockwell — Partie 1: Méthode d'essai*

ISO/TR 9272, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Évaluation de la fidélité des méthodes d'essai normalisées*

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

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Principe

On mesure le couple à appliquer dans des conditions spécifiées afin de faire tourner un disque métallique dans une chambre cylindrique étanche, remplie de caoutchouc. La résistance opposée par le caoutchouc à cette rotation, exprimée en unités arbitraires, est l'indice consistométrique Mooney de l'éprouvette.

4 Appareillage

4.1 Consistomètre à disque de cisaillement type

Un consistomètre à disque de cisaillement type (voir [Figure 1](#)), composé de

- a) deux demi-chambres délimitant une cavité cylindrique (ou chambre cylindrique),
- b) un rotor,
- c) un moyen pour maintenir les demi-chambres à température constante,
- d) un moyen pour maintenir une pression de fermeture spécifiée,
- e) un moyen pour faire tourner le rotor à une vitesse angulaire constante, et
- f) un moyen pour indiquer le couple exercé sur le rotor pour le faire tourner.

Le rotor et la chambre cylindrique ont les dimensions indiquées dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Dimensions des parties essentielles de l'appareil

Partie	Dimension mm
Diamètre du rotor	38,10 ± 0,03
Épaisseur du rotor	5,54 ± 0,03
Diamètre de la chambre	50,9 ± 0,1
Hauteur de la chambre	10,59 ± 0,03

NOTE Conventionnellement, un rotor ayant ces dimensions est appelé grand rotor.

On peut utiliser un rotor plus petit lorsqu'une viscosité élevée le rend nécessaire. Ce petit rotor doit avoir les mêmes dimensions que le grand rotor, à l'exception du diamètre qui doit être de 30,48 mm ± 0,03 mm. Les résultats obtenus avec le petit rotor ne sont pas identiques à ceux obtenus en utilisant le grand rotor.

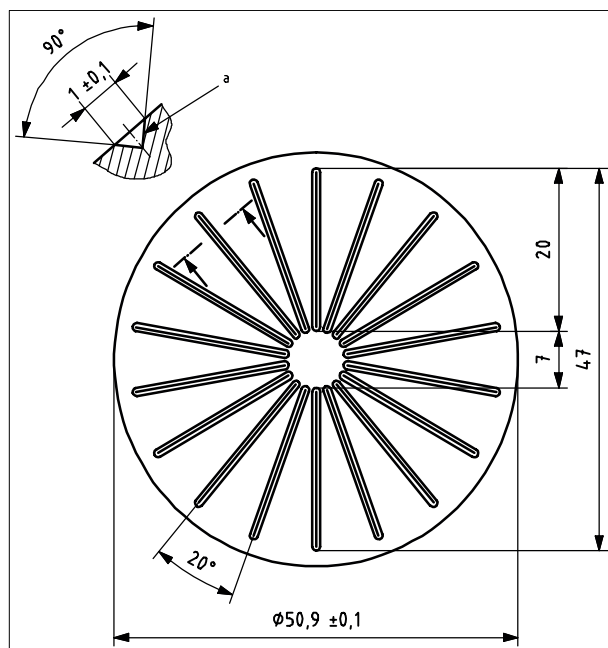
4.2 Demi-chambres

Les deux demi-chambres délimitant la cavité (ou chambre) doivent être en acier durci trempé non déformable, de dureté Rockwell minimale 60 HRC (voir l'ISO 6508-1). Les dimensions de la cavité sont données à la [Figure 1](#) et doivent être mesurées à partir des surfaces les plus élevées. Pour un bon transfert de chaleur, il convient que chaque demi-chambre soit constituée de préférence d'une seule pièce d'acier. Les surfaces planes doivent comporter des stries en V pour éviter le glissement. Les stries doivent être espacées radialement à des intervalles de 20° et doivent s'étendre entre un cercle extérieur de 47 mm de diamètre et un cercle intérieur de 7 mm de diamètre pour la demi-chambre supérieure et jusqu'à 1,5 mm du trou circulaire pour la demi-chambre inférieure. Chaque strie doit former un angle de 90° dans la surface de la demi-chambre avec la bissectrice de l'angle perpendiculaire à la surface et sa largeur à la surface doit être de 1,0 mm ± 0,1 mm (voir [Figure 2](#)).

4.3 Rotor

Le rotor doit être en acier durci trempé non déformable, de dureté Rockwell minimale 60 HRC. Les surfaces du rotor doivent porter des stries de section rectangulaire ayant une largeur de 0,80 mm ± 0,02 mm, une profondeur uniforme de 0,30 mm ± 0,05 mm, et espacées de 1,60 mm ± 0,04 mm (distance entre axes). Les surfaces planes du rotor doivent porter deux jeux de stries à angle droit l'un par rapport à l'autre (voir [Figure 3](#)). La tranche du rotor doit porter des stries verticales de mêmes dimensions. Il doit y avoir 75 stries verticales pour le grand rotor et 60 pour le petit. Le rotor est fixé perpendiculairement sur un arbre ayant un diamètre de 10 mm ± 1 mm et une longueur telle que, dans la chambre fermée, les espaces au-dessus et au-dessous du rotor diffèrent au maximum de 0,25 mm. L'arbre du rotor doit

Dimensions en millimètres

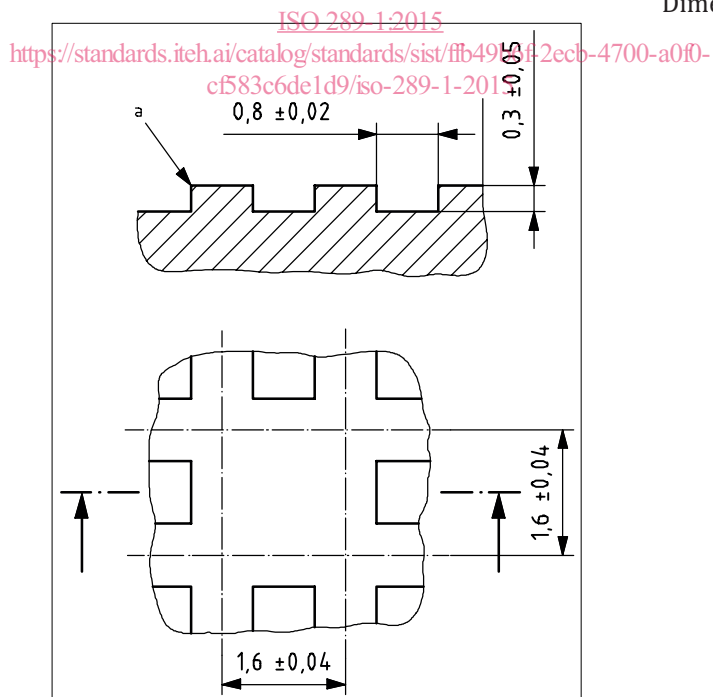


Légende

a Coupe de la strie.

Figure 2 — Demi-chambre avec stries radiales en V
(standards.iteh.ai)

Dimensions en millimètres



Légende

a R à l'arête de la strie ≤ 0,1 mm.

Figure 3 — Rotor avec stries à section rectangulaire

4.5 Système de mesurage de la température

4.5.1 La température d'essai est définie comme étant la température stabilisée des demi-chambres, le rotor étant en place et la chambre fermée et vide. Cette température est mesurée par deux sondes de thermocouple susceptibles d'être insérées dans la cavité à cet effet comme représenté à la [Figure 4](#). Ces sondes de mesure sont également utilisées pour contrôler la température de l'éprouvette comme décrit en [7.2](#).

4.5.2 Afin de contrôler l'apport de chaleur aux demi-chambres, chaque demi-chambre doit posséder un système de prise de température pour le mesurage de la température. La sonde doit être placée de façon à avoir le meilleur contact calorifique avec les demi-chambres, c'est-à-dire en évitant toute cause susceptible de perturber la transmission thermique. Les axes des sondes doivent être à une distance de 3 mm à 5 mm de la surface de travail des demi-chambres et de 15 mm à 20 mm de l'axe de rotation du rotor (voir [Figure 1](#)).

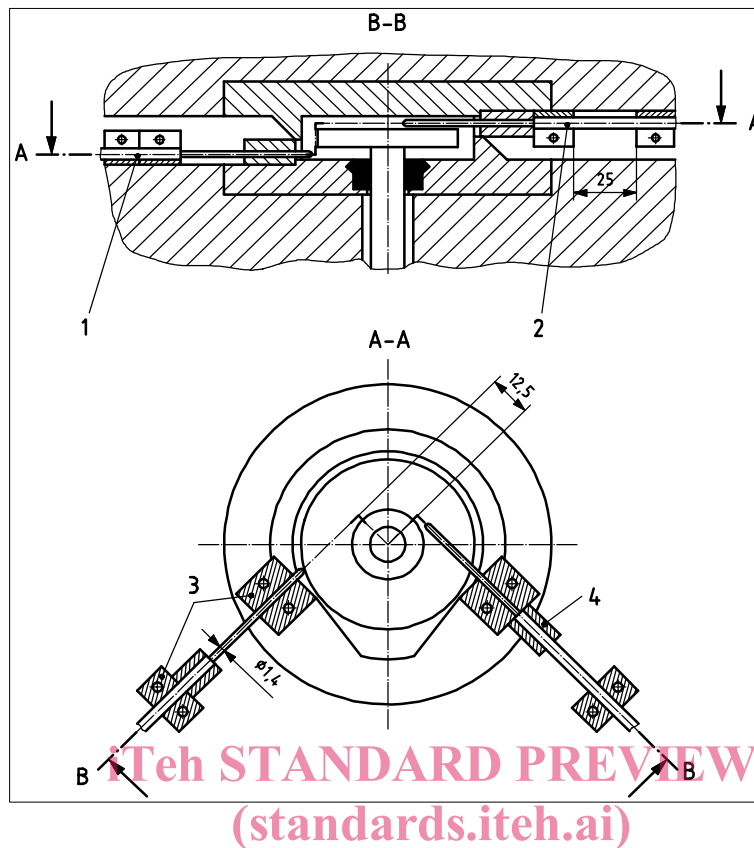
4.5.3 Les sondes de thermocouple et les systèmes de prise de température doivent permettre d'indiquer la température avec une exactitude de $\pm 0,25$ °C.

4.6 Moyen de fermeture de la chambre

Les demi-chambres peuvent être fermées et maintenues fermées avec un moyen hydraulique, pneumatique, ou mécanique. Une force de $11,5 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$ doit être maintenue sur les demi-chambres pendant l'essai.

Une force plus grande peut être nécessaire pour fermer les demi-chambres lorsque des caoutchoucs de consistance élevée sont soumis à l'essai. Dans de tels cas, au moins 10 s avant la mise en marche du consistomètre, la force doit être réduite à $11,5 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$ et maintenue à ce niveau durant tout l'essai.

Quel que soit le type de dispositif de fermeture, un morceau de papier de soie de 0,04 mm d'épaisseur maximale, placé entre les surfaces en contact, doit être marqué de façon continue et uniforme lorsque la chambre est fermée. Une trace non uniforme indique soit un réglage incorrect de la fermeture de la chambre, soit des surfaces de contact usées ou défectueuses, soit une déformation des demi-chambres. Toutes ces circonstances conduisent à des défauts d'étanchéité et à des résultats erronés.



Légende

- 1 sonde de mesure retirée
- 2 sonde de mesure insérée
- 3 butée fixée à l'appareil
- 4 butée fixée à une sonde de mesure

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb49b6f-2ecb-4700-a0f0-cf583c6de1d9/iso-289-1-2015>
 ISO 289-1:2015

Figure 4 — Disposition des sondes de mesure de température

4.7 Dispositif de mesurage du couple et son calibrage

Le couple nécessaire pour faire tourner le rotor est enregistré ou indiqué sur une échelle linéaire graduée en unités Mooney. On doit lire zéro lorsque l'appareil fonctionne à vide et $100 \pm 0,5$ lorsqu'un couple de $8,30 \text{ N.m} \pm 0,02 \text{ N.m}$ est appliqué sur l'arbre du rotor. Un couple de $0,083 \text{ N.m}$ correspond donc à une unité Mooney. L'échelle doit être lisible à $0,5$ unité Mooney près. La variation autour du zéro doit être inférieure à $\pm 0,5$ unité Mooney lorsque l'appareil fonctionne avec le rotor en place et la chambre fermée et vide.

Si l'appareil Mooney est équipé d'un ressort permettant l'éjection du rotor, le calibrage du zéro doit être fait avec la chambre ouverte afin que le rotor ne s'appuie pas sur la demi-chambre supérieure.

Le consistomètre à disque de cisaillement doit être calibré lorsque l'appareil fonctionne à la température d'essai. Une méthode convenable pour la plupart des appareils est la suivante:

L'échelle est calibrée à la valeur de 100 en appliquant des masses certifiées, fixées à un fil métallique sur un rotor approprié. Pendant le calibrage, le rotor doit tourner à $0,209 \text{ rad/s}$ et les plateaux doivent être à la température d'essai spécifiée.

NOTE Afin de contrôler la linéarité, des masses intermédiaires peuvent être utilisées, correspondant respectivement à des valeurs de 25 unités Mooney, 50 unités Mooney, et 75 unités Mooney. De plus, pour contrôler le bon fonctionnement de l'appareil, un échantillon de caoutchouc butyl de consistance Mooney certifiée peut être utilisé. Les mesurages peuvent être effectués à $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ou $125 \text{ }^\circ\text{C}$ après 8 min.

5 Préparation de l'éprouvette

Pour les caoutchoucs bruts, l'éprouvette doit être préparée conformément à l'ISO 1795 et à la norme de matériau correspondant au caoutchouc à l'essai. Pour les mélanges de caoutchouc devant être contrôlés à des fins de référence, l'éprouvette doit être prélevée dans un mélange préparé conformément à l'ISO 2393 et à la norme de matériau correspondant au caoutchouc à l'essai.

L'éprouvette doit être maintenue à température de laboratoire normalisée (voir l'ISO 23529) durant au moins 30 min avant de procéder à l'essai. L'essai ne doit pas commencer plus de 24 h après l'homogénéisation.

L'indice consistométrique Mooney est influencé par les conditions de préparation du caoutchouc et par les conditions de stockage avant l'essai. En conséquence, le mode opératoire et les méthodes spécifiés pour l'évaluation du caoutchouc à l'essai doivent être rigoureusement suivis.

L'éprouvette doit être constituée de deux disques de caoutchouc, ayant un diamètre d'environ 50 mm, et une épaisseur d'environ 6 mm, suffisante pour que la cavité de la chambre du consistomètre soit complètement remplie. Les disques de caoutchouc doivent être autant que possible exempts d'air ou de poches pouvant piéger de l'air entre le rotor et les parois des demi-chambres. Un trou est percé ou découpé au centre d'un des disques pour permettre l'insertion de l'arbre du rotor.

6 Température et durée de l'essai

Réaliser l'essai à $100\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ pendant 4 min, sauf spécification différente dans la norme de matériau correspondant au caoutchouc à l'essai.

7 Mode opératoire

7.1 Chauffer les demi-chambres et le rotor à la température d'essai jusqu'à ce que la température soit stabilisée. Ouvrir la chambre, introduire l'arbre du rotor dans le premier disque percé de l'éprouvette, et placer le rotor dans le consistomètre. Poser le second disque non percé de l'éprouvette sur le rotor en le centrant et fermer la chambre aussi rapidement que possible.

NOTE Un film thermo-stable, par exemple en polyester d'épaisseur comprise entre 0,02 mm et 0,03 mm, peut être disposé entre le caoutchouc et les surfaces de la chambre afin de faciliter l'enlèvement de l'éprouvette après l'essai dans le cas de matériaux de faible consistance ou collants. L'emploi d'un tel film pourrait affecter les résultats d'essai (voir [Annexe B](#)).

7.2 Noter le moment de fermeture de la chambre et laisser préchauffer le caoutchouc durant 1 min. Mettre le rotor en marche; le temps de rotation doit être comme indiqué à l'Article 6. Si l'indice consistométrique n'est pas enregistré en continu, surveiller l'indicateur au cours de la période de 30 s précédant le temps spécifié pour la lecture et relever la valeur minimale à 0,5 unité près, qui sera l'indice consistométrique. Pour des essais de référence, faire des relevés à intervalles de 5 s pendant la minute qui précède et la minute qui suit le temps spécifié. Tracer une courbe lissée passant par les points minima des fluctuations périodiques ou par tous les points s'il n'y a pas de fluctuation. Relever la valeur de l'indice consistométrique au point où la courbe intersecte le temps spécifié. Si un enregistrement est utilisé, relever l'indice consistométrique sur la courbe de la même façon que pour la courbe tracée.

Pour contrôler si la température de l'éprouvette est à la température d'essai au bout du temps d'essai, enfoncer deux sondes de mesures dans l'éprouvette comme représenté à la [Figure 4](#). Dans un essai préliminaire avec l'éprouvette à essayer, arrêter le rotor après une période de rotation de 3,5 min et, immédiatement après son immobilisation, enfoncer les deux sondes de mesure afin que les deux températures moyennes de l'éprouvette puissent être relevées au temps de 4 min. L'écart par rapport à la température spécifiée doit être compris entre $+1,0\text{ °C}$ et $-1,0\text{ °C}$.

Les gradients de température dans l'éprouvette et la vitesse de transfert de la chaleur varient selon les consistomètres, particulièrement lorsque des dispositifs de chauffage différents sont employés. Par conséquent, les résultats obtenus avec différents consistomètres sont plus proches après que le