

DIN ISO 289-1



ICS 83.060

Ersatz für
DIN 53523-2:1991-05 und
DIN 53523-3:1976-11**Unvulkanisierter Kautschuk –
Bestimmungen unter Verwendung eines Scherscheiben-Viskosimeters –
Teil 1: Bestimmung der Mooney-Viskosität (ISO 289-1:2015)**

Rubber, unvulcanized –
Determinations using a shearing-disc viscometer –
Part 1: Determination of Mooney viscosity (ISO 289-1:2015)

Caoutchouc non vulcanisé –
Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement –
Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney (ISO 289-1:2015)

Gesamtumfang 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	5
Vorwort	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Kurzbeschreibung	7
4 Prüfgerät	7
4.1 Typisches Scherscheiben-Viskosimeter	7
4.2 Prüfkammerhälften	8
4.3 Rotor	8
4.4 Heizvorrichtung	9
4.5 Temperaturmesssystem	11
4.6 Schließvorrichtung der Prüfkammer	11
4.7 Drehmomentmessgerät und Kalibrierung des Geräts	12
5 Vorbereitung des Probekörpers	13
6 Temperatur und Dauer der Prüfung	13
7 Durchführung	14
8 Angabe der Ergebnisse	14
9 Präzision	15
10 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Präzisionsbericht	16
A.1 Allgemeines	16
A.2 Einzelheiten des Programms	16
A.3 Präzisionsergebnisse	17
Anhang B (informativ) Wärmebeständige Folie für Messungen der Mooney-Viskosität	20
Anhang C (normativ) Kalibrierungsprogramm	23
C.1 Inspektion	23
C.2 Plan	23

Bilder

Bild 1 — Typisches Scherscheiben-Viskosimeter	9
Bild 2 — Prüfkammer mit radialen V-Rillen	10
Bild 3 — Rotor mit Rillen mit rechteckigem Querschnitt	10
Bild 4 — Konstruktion des Messfühlers	12
Bild B.1 — Beispiel für Datenauswertung	22

Tabellen

Tabelle 1 — Maße der wesentlichen Bestandteile der Prüfeinrichtung	8
Tabelle A.1 — Präzision der Bestimmungen der Mooney-Viskosität (1987)	17
Tabelle A.2 — Präzision der Bestimmungen der Mooney-Viskosität — Einfluss der Verarbeitung im Walzwerk (1988)	18
Tabelle A.3 — Präzision der Bestimmungen der Mooney-Viskosität (2012)	19
Tabelle B.1 — Verwendete Polymere und wärmebeständige Folien	20
Tabelle B.2 — Ursprüngliche Messwerte bei den verschiedenen Polymeren und wärmebeständigen Folien	21

Tabelle B.3 — Abweichungen zwischen den durchschnittlichen Werten der Mooney-Viskosität unterschiedlicher Probekörper mit oder ohne wärmebeständige Folie	22
Tabelle C.1 — Kalibrierungs-Frequenz-Zeitplan	24

Nationales Vorwort

Diese Deutsche Norm ist die Übersetzung der Internationalen Norm ISO 289-1:2015, die im Technischen Komitee ISO/TC 45 „Rubber and rubber products“, Unterkomitee 2 „Testing and analysis“ erarbeitet wurde.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-04-34 AA „Prüfung der physikalischen Eigenschaften von Kautschuk und Elastomeren“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

DIN ISO 289 besteht unter dem allgemeinen Titel *Unvulkanisierter Kautschuk — Bestimmungen unter Verwendung eines Scherscheiben-Viskosimeters* aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: Bestimmung der Mooney-Viskosität
- Teil 2: Bestimmung des Anvulkanisationsverhaltens
- Teil 3: Bestimmung des Delta-Mooney-Wertes für nicht-pigmentiertes, ölgetränktes emulsionspolymerisiertes SBR

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 6508-1	siehe	DIN EN ISO 6508-1
ISO 23529	siehe	DIN ISO 23529

Änderungen

Gegenüber DIN 53523-2:1991-05 und DIN 53523-3:1976-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Übernahme der Internationalen Norm ISO 289-1:2015;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 53523: 1960-08, 1960-09
DIN 53523-2: 1976-11, 1991-05
DIN 53523-3: 1976-11

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 6508-1, *Metallische Werkstoffe — Härteprüfung nach Rockwell — Teil 1: Prüfverfahren*

DIN ISO 23529, *Elastomere — Allgemeine Bedingungen für die Vorbereitung und Konditionierung von Prüfkörpern für physikalische Prüfverfahren*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 45, *Rubber and rubber products*, Unterkomitee SC 2, *Testing and analysis*.

Diese vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 289-1:2014), die technisch überarbeitet wurde, um den Kalibrierplan zu verbessern.

ISO 289 besteht unter dem allgemeinen Titel *Rubber, unvulcanized — Determinations using a shearing-disc viscometer* aus den folgenden Teilen:

- *Part 1: Determination of Mooney viscosity*
- *Part 2: Determination of pre-vulcanization characteristics*
- *Part 3: Determination of the Delta Mooney value for non-pigmented, oil-extended emulsion-polymerized SBR*
- *Part 4: Determination of the Mooney stress-relaxation rate*

WARNUNG — Personen, die diesen Teil der ISO 289 anwenden, sollten mit der üblichen Praxis im Labor vertraut sein. Dieser Teil der ISO 289 gibt nicht vor, alle eventuell vorhandenen Sicherheitsprobleme, die mit ihrem Gebrauch zusammenhängen, anzusprechen. Der Anwender ist verantwortlich für die Einhaltung entsprechender Sicherheitsvorkehrungen und Gesundheitsvorsorge sowie die Einhaltung nationaler gesetzlicher Vorschriften.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 289 legt ein Verfahren zur Messung der Mooney-Viskosität von Kautschukmischungen und reinen Kautschuken mithilfe eines Scherscheiben-Viskosimeters fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 1795, *Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures*

ISO 2393, *Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures*

ISO 6508-1, *Metallic materials — Rockwell hardness test — Part 1: Test method*

ISO/TR 9272, *Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards*

ISO 18899:2013, *Rubber — Guide to the calibration of test equipment*

ISO 23529, *Rubber — General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods*

3 Kurzbeschreibung

Das Drehmoment, welches unter festgelegten Bedingungen aufgebracht wird, um eine Metallscheibe in einer zylindrischen Kammer zu drehen, die aus mit Kautschuk gefüllten Prüfkammerhälften besteht, wird gemessen. Der Widerstand, der dieser Drehung durch den Kautschuk entgegengebracht wird, wird als die Mooney-Viskosität des Probekörper in beliebigen Einheiten angegeben.

4 Prüfgerät

4.1 Typisches Scherscheiben-Viskosimeter

Ein typisches Scherscheiben-Viskosimeter (siehe Bild 1), bestehend aus

- a) zwei Prüfkammerhälften, die einen zylindrischen Hohlraum bilden,
- b) einem Rotor,
- c) einer Vorrichtung, um eine konstante Temperatur der Prüfkammerhälften beizubehalten,
- d) einer Vorrichtung, um einen festgelegten Schließdruck beizubehalten,
- e) einer Vorrichtung, um den Rotor mit einer konstanten Winkelgeschwindigkeit zu drehen, und
- f) einer Vorrichtung zum Anzeigen des zum Drehen des Rotors erforderlichen Drehmoments.

Der Rotor und die Prüfkammer haben die in Tabelle 1 dargestellten Maße.

Tabelle 1 — Maße der wesentlichen Bestandteile der Prüfeinrichtung

Teil	Maß mm
Rotordurchmesser	$38,10 \pm 0,03$
Rotordicke	$5,54 \pm 0,03$
Durchmesser der Prüfkammer	$50,9 \pm 0,1$
Tiefe der Prüfkammer	$10,59 \pm 0,03$

ANMERKUNG Üblicherweise wird ein Rotor mit diesen Maßen als großer Rotor bezeichnet.

Es ist zulässig, einen kleineren Rotor zu verwenden, wenn eine hohe Viskosität dies erforderlich macht. Dieser kleine Rotor muss dieselben Maße wie ein großer Rotor haben, außer dass sein Durchmesser ($30,48 \pm 0,03$) mm betragen muss. Die mithilfe des kleinen Rotors erhaltenen Ergebnisse sind nicht identisch mit den mithilfe des großen Rotors erhaltenen Ergebnissen.

4.2 Prüfkammerhälften

Die beiden Prüfkammerhälften, die den Hohlraum bilden, müssen aus nicht verformbarem, nicht beschichtetem gehärteten Stahl mit einer Rockwell-Härte von mindestens 60 HRC (siehe ISO 6508-1) bestehen. Die Maße des Hohlraums sind in Bild 1 dargestellt und müssen von den höchsten Oberflächen aus gemessen werden. Für eine gute Wärmeübertragung sollte jede Prüfkammerhälfte vorzugsweise aus nur einem Stück Stahl bestehen. Die flachen Oberflächen müssen über radiale V-Rillen verfügen, um Gleiten zu vermeiden. Die Rillen müssen einen radialen Abstand von jeweils 20° aufweisen und sich in der oberen Prüfkammerhälfte von einem äußeren Kreis mit dem Durchmesser 47 mm bis zu einem inneren Kreis mit dem Durchmesser 7 mm sowie in der unteren Prüfkammerhälfte bis zu einem Abstand im Umkreis von 1,5 mm vom Loch erstrecken. Jede Rille muss in der Prüfkammeroberfläche einen Winkel von 90° bilden, wobei die Winkelhalbierende senkrecht zur Oberfläche und an der Oberfläche ($1,0 \pm 0,1$) mm breit sein muss (siehe Bild 2).

4.3 Rotor

Der Rotor muss aus nicht verformbarem, nicht beschichtetem gehärteten Stahl mit einer Rockwell-Härte von mindestens 60 HRC gefertigt sein. Die Rotorflächen müssen Rillen mit rechteckigem Querschnitt und einer Breite von ($0,80 \pm 0,02$) mm, einer gleichmäßigen Tiefe von ($0,30 \pm 0,05$) mm sowie einem Abstand von ($1,60 \pm 0,04$) mm (Abstand zur Mittelachse) aufweisen. Die flachen Oberflächen des Rotors müssen zwei Reihen solcher Rillen im rechten Winkel zueinander aufweisen (siehe Bild 3). Die Kante des Rotors muss vertikale Rillen mit denselben Maßen aufweisen. Der große Rotor muss 75 vertikale Nuten und der kleine Rotor 60 Nuten aufweisen. Der Rotor ist im rechten Winkel auf einer Welle befestigt, die einen Durchmesser von (10 ± 1) mm hat und so lang ist, dass der Abstand oberhalb des Rotors in der geschlossenen Prüfkammer nicht um mehr als 0,25 mm vom Abstand unterhalb abweicht. Die Rotorwelle muss auf der Spindel aufliegen, die die Rotorwelle dreht, nicht auf der Wand der Prüfkammer. Der Abstand an dem Punkt, an dem die Rotorwelle in den Hohlraum eindringt, muss klein genug sein, um zu verhindern, dass Kautschuk aus dem Hohlraum austritt. Ein Dichtungsring, ein O-Ring oder ein anderes Dichtelement kann an dieser Stelle zur Abdichtung verwendet werden.

Die Exzentrizität oder Unrundheit des Rotors während der Rotation im Viskosimeter darf 0,1 mm nicht überschreiten.

Die Winkelgeschwindigkeit des Rotors muss $0,209 \text{ rad/s} \pm 0,002 \text{ rad/s}$ ($2,00 \text{ min}^{-1} \pm 0,02 \text{ min}^{-1}$) betragen.