

**ELASTOMERO, NO VULCANIZADO.
DETERMINACIONES USANDO UN
VISCOSIMETRO DE DISCO CIZALLANTE
PARTE 1: DETERMINACION DE LA VISCOSIDAD
MOONEY
(ISO 289-1: 1994, MOD)**

Rubber unvulcanized. Determinations using a shearing-disc viscometer. Part 1: Determination of Mooney viscosity

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta Norma:

- Ha sido elaborada a través del NC/CTN 73 Cauchos y Productos del Caucho, integrado por las entidades siguientes:

Ministerio de la Industria Básica	Ministerio del Comercio Interior
Oficina Nacional de Normalización	Ministerio del Interior
Ministerio de la industria Ligera	Ministerio del Transporte
Consejo de Estado (Cubalse)	
- Es una traducción de la Norma Internacional ISO 289-1:1994(E) Elastómero, no vulcanizado – Determinaciones usando un viscosímetro de disco cizallante- Parte 1: Determinación de la viscosidad Mooney, con ciertas modificaciones técnicas.
- Incorpora dos modificaciones técnicas debido a necesidades particulares de la industria, la cual posee equipos de ensayo con otras variantes constructivas (forma de las estrías de las matrices que conforman la cámara) que no toma en consideración la norma ISO 289-1:1994 y que se hace necesario adicionar en esta norma. Estas desviaciones técnicas han sido añadidas directamente a los capítulos a los que las mismas se refieren. La primera se ha adicionado en el apartado 4.1 y está marcada por un tipo diferente de fuente. La segunda es una consecuencia de la anterior y consiste en la eliminación del Capítulo 9.- Precisión, así como de las Tablas 2 y 3 a este último asociadas, debido a la invalidez de los resultados obtenidos con la incorporación de los cambios anteriores.
- Omite el prefacio de la norma internacional e incluye el presente prefacio nacional.
- Sustituye a la NC 31-02:83 Caucho y sus derivados. Determinación de la viscosidad por el método Mooney

© NC, 2002

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por alguna forma o medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias o microfilmes, sin el permiso previo escrito de:

Oficina Nacional de Normalización (NC).

Calle E No. 261 Ciudad de La Habana, Habana 3. Cuba.

Impreso en Cuba

**ELASTÓMERO, NO VULCANIZADO. DETERMINACIONES USANDO
UN VISCOSÍMETRO DE DISCO CIZALLANTE
PARTE 1: DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD MOONEY**

1 Objeto

Esta Norma especifica un método de uso de un viscosímetro de disco cizallante para determinar la viscosidad Mooney de cauchos y sus mezclas.

2 Referencias Normativas

Las normas siguientes contienen disposiciones que, al ser citadas en el texto, constituyen a su vez disposiciones de esta norma. Al momento de esta publicación las ediciones indicadas estaban vigentes. Como todas las normas están sujetas a revisión, se recomienda a todos aquellos que realicen acuerdos sobre la base de ellas la conveniencia de usar ediciones más recientes de las normas citadas a continuación. La Oficina Nacional de Normalización posee en todo momento la información de las Normas Internacionales y Cubanas en vigencia.

ISO 471:1983, Elastómeros- Temperaturas, humedades y tiempos normalizados para el acondicionamiento y ensayo de probetas.

ISO 1795:1992, Cauchos, crudo, natural y sintético- Muestreo y adicionales procedimientos preparativos

ISO 2393:1994, Mezclas de caucho de prueba- Preparación, mezclado y vulcanización- Equipos y procedimientos.

ISO 6508:1986, Materiales metálicos- Ensayo de dureza- Prueba Rockwell (escalas A-B-C-D-E-F-G-H-K).

ISO/TR 9272:1986, Elastómeros y productos de caucho- Determinación de la precisión para normas de ensayo.

3 Principio del Método

El ensayo consiste en determinar el valor del par de torsión que hace falta aplicar, en condiciones definidas, para hacer girar a velocidad constante un disco metálico en el interior de una cámara cilíndrica formada por una pareja de matrices, llena con el material de caucho a ensayar. La resistencia ofrecida por el material caucho a esta rotación se expresa en unidades arbitrarias como la viscosidad Mooney de la probeta.

4 Aparatos

Las partes indispensables del aparato (véase Figura 1) son:

- a) Dos matrices que conforman una cámara cilíndrica;
- b) Un rotor;
- c) Un medio para mantener las matrices a temperatura constante;
- d) Un medio para mantener una presión de cierre específica;

- e) Un medio para la rotación del rotor a velocidad angular constante;
- f) Un medio para indicar el par de torsión requerido para girar el rotor.

El rotor y la cámara tienen las dimensiones mostradas en la Tabla 1.

Tabla 1 — Dimensiones de las partes indispensables del aparato

Dimensión	Dimensiones en milímetros	
	Valor	
Diámetro del rotor	38,1 ± 0,03	
Espesor del rotor	5,54 ± 0,03	
Diámetro de la cámara	50,9 ± 0,1	
Profundidad de la cámara	10,59 ± 0,03	

NOTA 1: Normalmente, un rotor con estas dimensiones es llamado rotor grande

Se permite utilizar un rotor chico donde una alta viscosidad lo haga necesario. Este rotor chico tendrá las mismas dimensiones que el rotor grande exceptuando el diámetro que será de 30,48 ± 0,03. Los resultados obtenidos con el rotor chico no son idénticos con aquellos obtenidos usando el rotor grande.

4.1 Matrices

Las dos matrices que conforman la cámara deberán ser de acero endurecido con una dureza Rockwell mínima de 60 HRC (véase ISO 6508). Las dimensiones de la cámara se muestran en la figura 1 y deben ser medidas a partir de las superficies más grandes.

Para una buena transferencia de calor, es conveniente que cada matriz se elabore a partir de una pieza única de acero. Para prevenir el deslizamiento del material ensayado sobre las superficies interiores de la cámara pueden adoptarse cualquiera de los dos sistemas siguientes:

- Las superficies deberán tener estrías radiales, en forma de "V". Las estrías estarán espaciadas radialmente a intervalos de 20° y se extenderán desde un círculo exterior de diámetro 47 mm a uno interior de diámetro 7 mm para la matriz superior y a 1,5 mm del orificio de la matriz inferior; las caras de las estrías formarán entre sí un ángulo de 90°, cuya bisectriz es perpendicular a la superficie de la cámara. La anchura de cada estría, al nivel de la superficie de la cara de la cámara, será de 1,0 mm ± 0,1 mm (véase figura 2).
- ***Todas las caras de la cámara tendrán unas estrías de sección rectangular, de 0,80 mm ± 0,02 mm de anchura, y de un espesor uniforme no inferior a 0,25 mm ni superior a 0,38 mm, separadas regularmente a una distancia entre centros de 1,60 mm ± 0,04 mm. Las caras horizontales tendrán dos series de tales estrías, orientadas perpendicularmente entre sí.***

4.2 Rotor

El rotor deberá ser fabricado de acero endurecido con una dureza Rockwell mínima de 60 HRC. Las superficies del rotor tendrán estrías de sección rectangular, de 0,80 mm \pm 0,02 mm de anchura y de una profundidad uniforme de 0,30 mm \pm 0,05 mm y espaciadas 1,60 mm \pm 0,04 mm (distancia entre ejes centrales). Las superficies planas del rotor tendrán dos series de tales estrías, orientadas perpendicularmente entre sí (véase figura 3). El borde del rotor tendrá estrías verticales de las mismas dimensiones. El rotor grande tendrá 75 estrías verticales y el rotor chico tendrá 60. El rotor está acoplado perpendicularmente a un vástago de diámetro 10 mm \pm 1 mm y una longitud tal que, en la cámara cerrada, la claridad sobre el rotor no difiera en más de 0,25 mm. El eje del rotor descansa sobre el árbol que lo acciona, y no sobre la pared de la cámara. La claridad en el punto donde el eje del rotor penetra en la cara inferior de la cámara deberá ser lo suficientemente pequeño, para impedir que el caucho se salga de la cámara. Un anillo "O" u otro utensilio de sellaje puede ser utilizado en este punto como sello.

La excentricidad del rotor durante su giro en el viscosímetro no excederá 0,1 mm.

La velocidad angular del rotor deberá ser de 0,209 rad/s \pm 0,002 rad/s (2,00 r/min \pm 0,02 r/min).

4.3 Dispositivo de calefacción

Las matrices formarán parte de, o estarán montadas en platos equipados con un dispositivo de calefacción, capaz de mantener la temperatura de los platos y de las matrices dentro de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ la temperatura de ensayo. Después de insertada la probeta de ensayo el dispositivo deberá ser capaz de regresar la temperatura de las matrices dentro de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ la temperatura de ensayo en un lapso de tiempo de 4 min.

NOTA 2: Las máquinas antiguas pueden no cumplimentar con estos requerimientos y dar resultados menos reproducibles.

4.4 Sistema de medición de la temperatura

4.4.1 Por temperatura de ensayo se define la temperatura en el estado de equilibrio de la cámara cerrada, con el rotor en posición y vacía. Esta temperatura es medida por dos termopares, los cuales pueden estar insertados en la cámara con este propósito como es mostrado en la Figura 4. Estos termopares son también utilizados para chequear la temperatura de la probeta como se describe en 7.2.

4.4.2 Con el fin de controlar el suministro de calor a la cámara, un sensor de temperatura deberá existir en cada matriz para medir la temperatura de la matriz. El sensor estará localizado con las matrices para alcanzar el mejor contacto calórico posible; pérdidas calóricas y otras resistencias térmicas deberán ser eliminadas. Los ejes de los sensores estarán a una distancia de 3 mm a 5 mm de la superficie de trabajo de las matrices y de 15 mm a 20 mm de los ejes de rotación del rotor (véase figura 1).

4.4.3 Ambos termopares y los sensores de temperatura deberán ser capaces de indicar la temperatura con una precisión de $\pm 0,25^{\circ}\text{C}$.

4.5 Sistema de cierre de la cámara

La cámara puede ser cerrada y mantenida cerrada por un medio hidráulico, neumático o mecánico. Una fuerza de $11,5 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$ será mantenida sobre la cámara durante la prueba.

Una fuerza superior puede ser requerida para cerrar la cámara cuando cauchos de mayor viscosidad son ensayados; al menos 10 s antes de la puesta en marcha del viscosímetro, la fuerza será reducida en tales casos a $11,5 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$ y mantenida a este nivel a través del ensayo.

Para todos los tipos de dispositivos de cierre, un pedazo de papel de seda liso de espesor no superior a 0,04 mm colocado entre las dos mitades de la cámara deberá mostrar una huella continua de intensidad uniforme cuando la cámara este cerrada. Una huella no uniforme indica un mal reglaje del cierre, o desgaste o distorsión de los platos o de la cámara; cualquiera de estas condiciones pueden resultar en fugas y resultados erróneos.

4.6 Dispositivo de medición del par de torsión y calibración del dispositivo.

El par de torsión requerido para hacer girar el rotor es registrado o indicado en una escala lineal graduada en unidades Mooney. La lectura será cero cuando la máquina este en marcha en vacío y $100 \pm 0,5$ cuando un par de torsión de $8,30 \text{ N.m} \pm 0,02 \text{ N.m}$ sea aplicado al eje del rotor. Por lo tanto un par de torsión de $0,083 \text{ N.m}$ es equivalente a 1 unidad Mooney. La escala permitirá lecturas de 0,5 unidades Mooney. La variación del cero será menor de $\pm 0,5$ unidades Mooney cuando la máquina este trabajando con el rotor en su puesto y la cámara cerrada y vacía.

Si el viscosímetro está equipado con un resorte de eyección del rotor, la calibración del cero deberá ser realizada con la cámara abierta de manera que el rotor no presione en contra de la cámara superior.

El viscosímetro deberá ser calibrado mientras la máquina este en marcha a la temperatura de ensayo. Un método adecuado para la calibración de la mayoría de las máquinas es el siguiente:

La escala es calibrada a una lectura de 100 aplicando masas certificadas acopladas con alambre flexible de diámetro 0,45 mm a un rotor apropiado. Durante la calibración, el rotor es girado a $0,209 \text{ rad/s}$ y los platos están a la temperatura de ensayo especificada.

NOTA 3: A fin de chequear la linealidad, masas intermedias pueden ser utilizadas para dar lecturas de escala de 25, 50 y 75 unidades Mooney respectivamente.

NOTA 4: Una muestra de caucho butilo de viscosidad Mooney certificada puede ser utilizada para comprobar si la máquina esta trabajando correctamente. La medición puede ser llevada a cabo a 100°C o 125°C durante 8 min. El caucho puede ser obtenido de la oficina de ensayo nacional o del Instituto Nacional de Ciencia y Tecnología, Washington, DC, USA (designación IIR-NIST-SRM 388).

5 Preparación de la probeta

Para cauchos no formulado, la probeta será preparada en correspondencia con ISO 1795 y la norma de material apropiado al caucho. Para mezclas de cauchos que se ensayan con fines de

arbitraje, la probeta será tomada de una mezcla preparada en correspondencia con ISO 2393 y la norma de material apropiada al caucho.

Se permitirá que la probeta repose a la temperatura de laboratorio estándar (véase ISO 471) por al menos 30 min antes de que el ensayo se lleve a cabo. La prueba será iniciada no más tarde de 24 horas después de la homogeneización.

La viscosidad Mooney es afectada por la forma en la cual el caucho es preparado y las condiciones de almacenaje antes del ensayo. Por consiguiente, el procedimiento prescrito en métodos para la evaluación de un caucho particular será seguido rigurosamente.

La probeta consistirá de dos discos de caucho, de un diámetro de alrededor de 50 mm y un espesor de 6 mm aproximadamente, lo suficiente para llenar completamente la cámara del viscosímetro. Los discos estarán tan libres como sea posible de aire y de bolsas que pueden atrapar el aire en contra del rotor y la cámara. Un orificio es cortado en el centro de uno de los discos de manera que permita la inserción del vástago del rotor.

6 Temperatura y duración el ensayo

A menos que otra cosa sea especificada en la norma del material pertinente, el ensayo será conducido a $100,0\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$ por 4 min.

7 Procedimiento

7.1 Caliente la cámara y el rotor a la temperatura de ensayo y déjelos alcanzar un estado de equilibrio. Abra la cámara e inserte el vástago del rotor a través del orificio previamente abierto en el disco de la probeta y coloque el rotor en el viscosímetro. Coloque el otro disco de la probeta centralmente sobre el rotor y cierre la cámara tan rápido como sea posible.

NOTA 5: Una película estable al calor, por ejemplo de poliéster, de espesor aproximado de 0.03 mm puede ser insertada entre el caucho y la cámara para facilitar la eliminación, después del ensayo, de materiales pegajosos o de baja viscosidad

7.2 Anote el tiempo en el cual la cámara esta cerrada y permita al caucho precalentarse por 1 min. Encienda el rotor; el tiempo de la corrida deberá ser como fue indicado en la cláusula 6. Si la viscosidad no se registra de forma continua, observe la escala durante el intervalo de 30 s que precede el tiempo de lectura especificado y reporte el valor mínimo, con aproximación de 0,5 unidades, como la viscosidad. Para propósitos de arbitraje, tome lecturas a intervalos de 5 s desde 1 min antes a 1 min después del tiempo especificado. Dibuje una curva suave a través de los puntos mínimos de las fluctuaciones periódicas o a través de todos los puntos si no hay fluctuaciones. Tome la viscosidad como el punto donde la curva pasa a través del tiempo especificado. Si se utiliza un registrador, tome la viscosidad a partir de la curva en la misma forma especificada para la curva ploteada.

Para comprobar si la temperatura de la probeta esta a la temperatura de ensayo en el tiempo del ensayo, dos termopares pueden ser insertados dentro de la probeta como se muestra en la figura 4. En una prueba preliminar con la probeta bajo ensayo, el rotor es detenido después de un tiempo de corrida de 3,5 min y, inmediatamente después de la parada resultante, los dos termopares se

insertan y, después de 4 min, las dos temperaturas medias de las probetas son leídas. La tolerancia de la temperatura estará entre 0,0 °C y -1,0°C.

Los gradientes de temperatura en la probeta y la velocidad de transmisión del calor varía entre viscosímetros, particularmente si se emplean diferentes tipos de calentamiento. Por lo tanto, los valores obtenidos con diferentes viscosímetros pueden esperarse que sean más comparables después que el caucho haya alcanzado la temperatura de ensayo. Usualmente esta condición se alcanza dentro de los 10 min después de que la cámara se cierra.

8 Expresión de los resultados

Informe los resultados de un ensayo típico en el formato siguiente:

50 ML (1 + 4) 100°C

50 M es la viscosidad, en unidades Mooney;

L indica que el rotor grande fue usado (S indicaría el uso del rotor chico);

1 es el tiempo de precalentamiento, en minutos, antes de poner en marcha el rotor;

4 es el tiempo de corrida, en minutos, después de la arrancada del rotor, en el cual la lectura final fue tomada;

100°C es la temperatura del ensayo.

9 Informe

El informe incluirá la siguiente información:

- a) Completa descripción e identificación de la muestra ensayada, incluyendo; su origen y detalles de los cauchos en la mezcla, si es aplicable;
- b) Detalles de la preparación de las probetas;
- c) Una referencia a esta parte de la ISO 289;
- d) Una descripción del equipo usado, incluyendo; modelo y fabricante, tamaño del rotor (grande o chico)
- e) Detalles de las condiciones de ensayo incluyendo;
 - 1) La temperatura del ensayo;
 - 2) El tiempo de precalentamiento, si es diferente a 1 min;
 - 3) El tiempo de la corrida;
 - 4) La fuerza de cierre de la cámara; si es diferente a 11,5 kN;
- f) El valor de la viscosidad Mooney;
- g) Cualquier operación no incluida en estas parte de la ISO 289 o considerada como opcional;
- h) La fecha del ensayo.

Dimensiones en milímetros

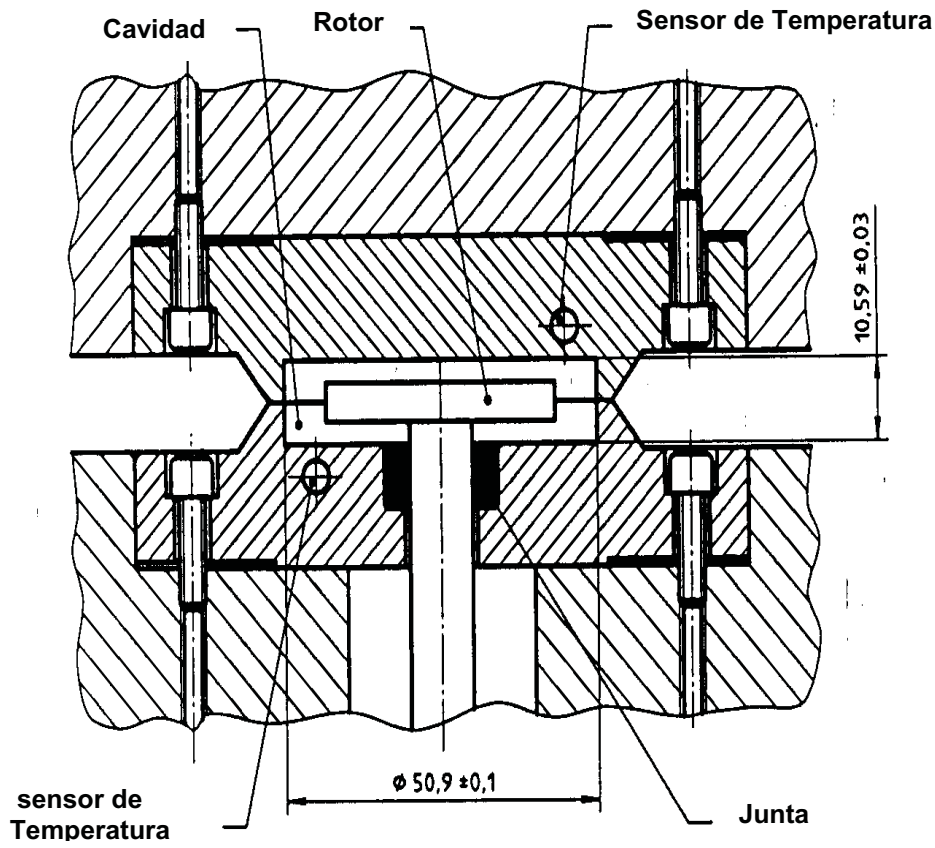


Figura 1— Viscosímetro de disco cizallante

Dimensiones en milímetros

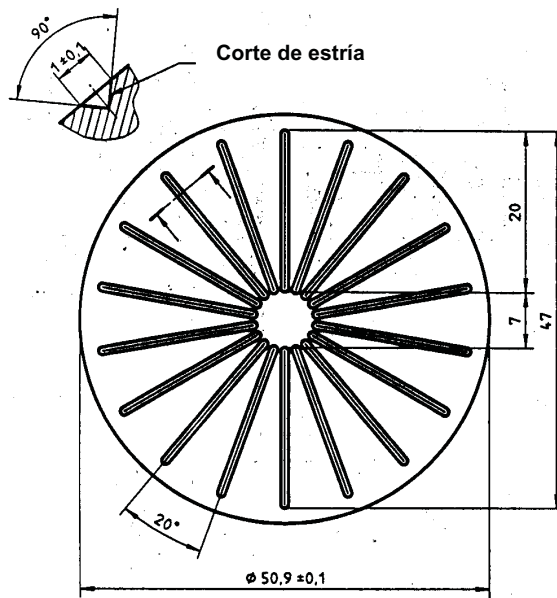


Figura 2— Matriz con estrías en “V” radiales

Dimensiones en milímetros

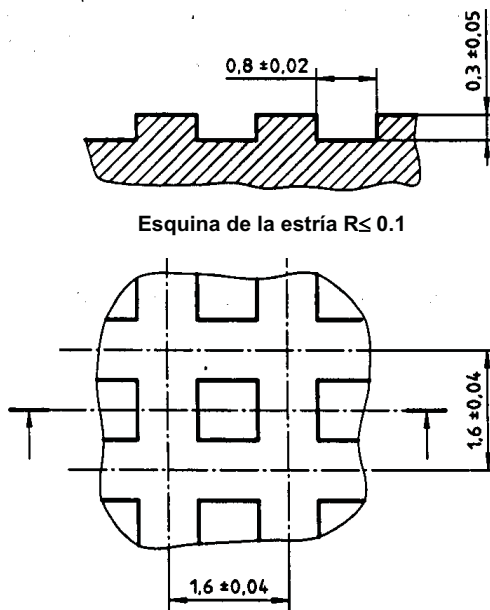


Figura 3— Rotor con estrías de sección rectangular

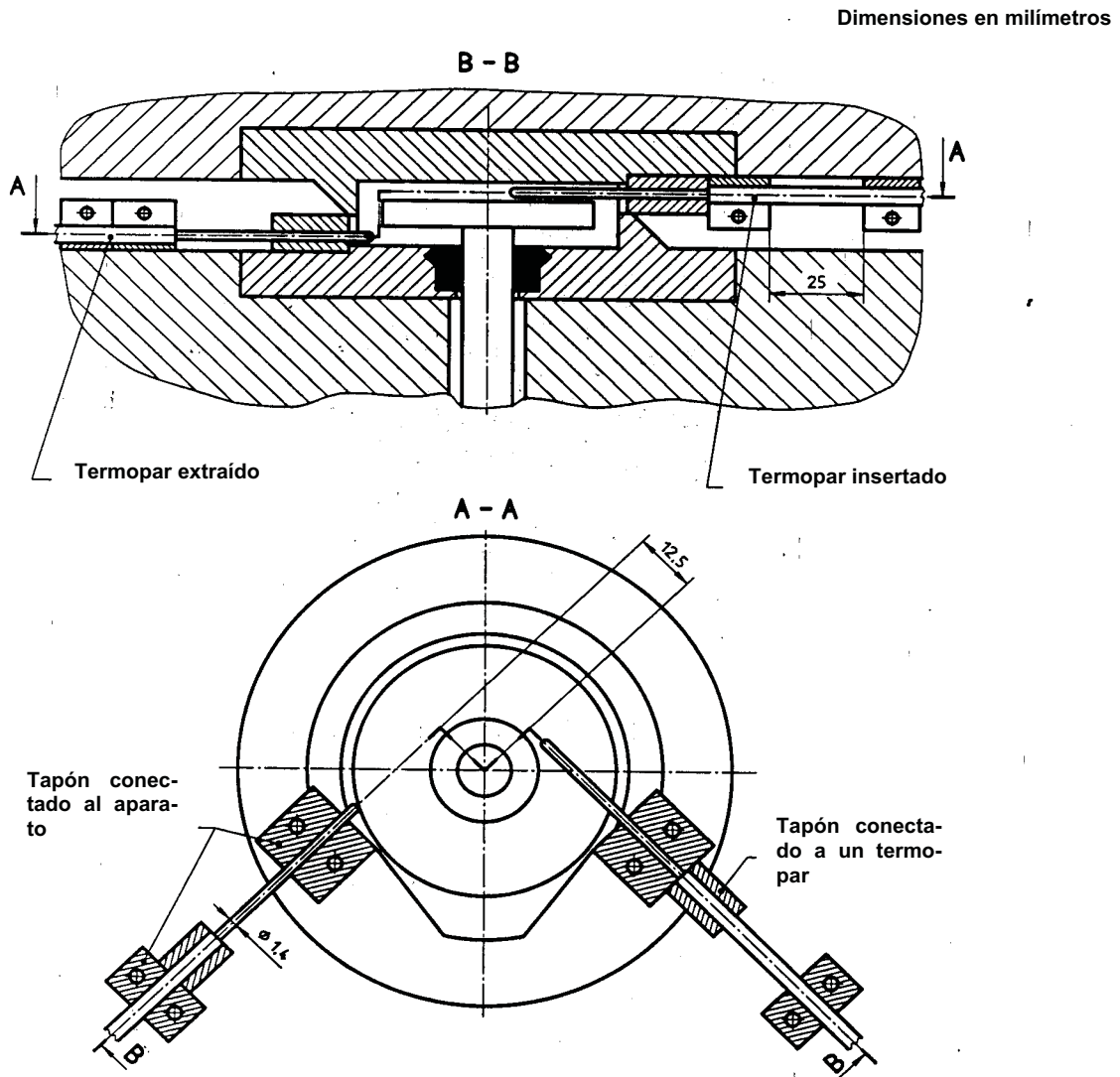


Figura 4 — Diseño del termopar