

---

# NORME INTERNATIONALE 4575

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Plastiques — Pâtes de polychlorure de vinyle — Détermination de la viscosité apparente au rhéomètre Severs

*Plastics — Polyvinyl chloride pastes — Determination of apparent viscosity using the Severs rheometer*

Première édition — 1978-08-01

---

CDU 678.743.22 — 498.4 : 532.13

Réf. n° : ISO 4575-1978 (F)

**Descripteurs** : plastique, chlorure de polyvinyle, pâte, essai à la pression, mesurage de débit, viscosité, rhéomètre.

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4575 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	<del>Royaume-Uni</del>
Belgique	Italie	Suède
Brésil	Japon	Suisse
Bulgarie	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	U.S.A.
Finlande	Philippines	Yougoslavie
France	Pologne	
Hongrie	Portugal	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Canada  
Israël

# Plastiques — Pâtes de polychlorure de vinyle — Détermination de la viscosité apparente au rhéomètre Severs

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour déterminer la viscosité apparente sous des contraintes de cisaillement élevées, au moyen du rhéomètre Severs, de pâtes de polychlorure de vinyle (PVC) préparées à partir de résines PVC pour pâtes, et de plastifiants.

Elle est applicable en particulier aux «pâtes normalisées» préparées selon l'ISO 4612, *Plastiques — Résines PVC pour pâtes — Préparation d'une pâte.*<sup>1)</sup>

## 2 PRINCIPE

Mise en place d'un échantillon de pâte dans un rhéomètre Severs et thermostatation à une température définie.

Mesurage du débit de pâte s'écoulant à travers une filière calibrée, sous différentes pressions.

Calcul du gradient de vitesse et de la viscosité apparente pour chacun des débits correspondant à chacune des pressions.

Si désiré, tracé de la courbe des viscosités apparentes en fonction des gradients de vitesse correspondants.

## 3 APPAREILLAGE

**3.1 Rhéomètre Severs**, de capacité 500 à 1 000 ml, de l'un des deux types représentés à la figure 1, et consistant essentiellement en :

**3.1.1 Corps de mesure**, par exemple cylindre en acier inoxydable ou en bronze, à surface intérieure polie, sur lequel sont, ou peuvent être, fixés de manière étanche, d'une part un fond comportant un orifice dans lequel peut être placée une filière, d'autre part un couvercle pouvant être relié à la source de pression ou à l'atmosphère.

**3.1.2 Double enveloppe**, reliée à un système de régulation de la température permettant de porter et de maintenir le contenu du corps de mesure à la température de  $23 \pm 0,5$  °C.

**3.1.3 Filière**, en matière non déformable (par exemple, acier inoxydable, polytétrafluoréthylène) comportant un canal cylindrique, pouvant être adaptée de manière étanche dans le fond du corps de mesure. La face supérieure et la surface interne du canal sont polies. La filière est définie par le diamètre et la hauteur du canal. Deux filières, A et B, sont spécifiées pour l'application de la présente Norme internationale :

Dimensions	Filière A	Filière B
Rayon du canal, mm	$1,5 \pm 0,05$	$1,5 \pm 0,05$
Hauteur, mm	$45 \pm 0,5$	$22,5 \pm 0,5$

**3.1.4 Piston** (si nécessaire), en plastique, rigide de diamètre légèrement inférieur à celui du corps de mesure, pour éviter que le fluide de mise en pression ne puisse passer directement à travers la filière dans le cas de pâtes faisant le «trou». (De plus, son utilisation facilite le nettoyage de l'appareil.) Un plan de piston fait l'objet de la figure 2.

**3.1.5 Dispositif de mise en pression**, constitué par une bouteille d'azote sous pression, un pot de détente, des manomètres et un certain nombre de vannes. Un exemple de dispositif fait l'objet de la figure 3.

**3.2 Bêchers**, capacité 50 ml environ.

**3.3 Chronomètre**, précis à 0,1 s.

**3.4 Balance**, précise à 0,5 g.

**3.5 Thermomètre**, permettant de mesurer la température de  $23 \pm 0,5$  °C.

## 4 CONDITIONNEMENT

La pâte peut être essayée immédiatement après sa préparation ou après une certaine durée de conditionnement à la température de 23 °C; cette durée doit être indiquée dans le procès-verbal d'essai.

1) Actuellement au stade de projet.

## 5 MODE OPÉRATOIRE

### 5.1 Choix des pressions d'essai et de la filière

Selon la pâte en essai et le but poursuivi, choisir au moins quatre pressions dans la gamme de nombres normaux suivante :

100, 160, 250, 400, 630, 1 000, 1 600, 2 500 kPa\*

Faire un essai dans les conditions ci-après avec la filière A et à la pression de 2 500 kPa; pour le débit  $D$  mesuré (6.1), calculer, selon 6.2, le gradient de vitesse correspondant :

- Si le gradient est supérieur à  $1\,000\text{ s}^{-1}$ , les essais doivent être effectués avec la filière A.
- Si le gradient est inférieur ou égal à  $1\,000\text{ s}^{-1}$ , les essais doivent être effectués avec la filière B.

### 5.2 Introduction de la pâte et thermorégulation

Le fond, avec la filière appropriée (3.1.3), étant mis en place, introduire la pâte à étudier dans le corps de mesure (3.1.1). Éventuellement, mettre en place le piston 3.1.4 au-dessus de la pâte.

Porter la température de la pâte à  $23 \pm 0,5\text{ }^\circ\text{C}$  en faisant circuler dans la double enveloppe (3.1.2) de l'eau maintenue à cette température (en général, une durée de 5 min est suffisante).

Visser le couvercle et le relier au dispositif de mise en pression (3.1.5).

### 5.3 Réglage de la pression d'essai

Commencer les essais par ceux à la pression la plus faible.

Effectuer le réglage de la pression à  $\pm 10\text{ kPa}$ , selon le dispositif de mise en pression utilisé. Dans le cas de l'exemple donné à la figure 3, opérer de la manière suivante :

Fermer les vannes E et F, ouvrir les vannes C et D et agir progressivement sur le détendeur jusqu'à ce que la pression lue sur le manomètre ayant la plus grande échelle (C) soit sensiblement égale à la valeur cherchée. Lire alors la pression affichée sur le manomètre ayant une échelle plus réduite (D) et régler avec soin la pression à la valeur recherchée à  $\pm 10\text{ kPa}$  près.

Opérer de la même façon pour le réglage aux autres pressions d'essai, mais sans ouvrir la vanne D pour les pressions supérieures à la valeur maximale du manomètre correspondant.

### 5.4 Détermination

#### 5.4.1 Tarer trois béchers (3.2) de 50 ml à 0,5 g près.

Nettoyer l'orifice de sortie de la filière et ouvrir la vanne E d'admission d'azote sous pression vers le rhéomètre. Sous la pression, la pâte s'écoule à travers la filière. Vérifier que la pression n'a pas varié; régler si nécessaire en agissant sur le détendeur L.

Placer un bécher taré sous la filière et simultanément déclencher le chronomètre (3.3).

Au bout d'une durée telle que la masse de pâte recueillie soit au moins de 10 g, retirer le bécher et arrêter simultanément le chronomètre; noter la durée d'écoulement  $t_1$ , en secondes, à 0,1 s près. Si la masse est insuffisante au bout de 2 min, abandonner les essais à cette pression et les faire à la pression supérieure.

Répéter le mesurage successivement avec les deux autres récipients tarés, soit  $t_2$  et  $t_3$  les durées d'écoulement correspondantes.

Fermer la vanne E d'admission d'azote sous pression et ouvrir la vanne F vers l'atmosphère pour arrêter l'écoulement de la pâte.

Peser les béchers et en déterminer les masses de pâte  $m_1$ ,  $m_2$  et  $m_3$ , en grammes, à 0,5 g près.

5.4.2 Refermer la vanne vers l'atmosphère et régler la pression à sa nouvelle valeur. Répéter l'essai dans les conditions spécifiées en 5.4.1.

5.4.3 Après l'essai, nettoyer le rhéomètre en évitant l'utilisation de matières dures.

## 6 CALCULS

### 6.1 Calcul des débits

Pour chacune des pressions d'essai, calculer les débits  $D_1$ ,  $D_2$  et  $D_3$ , en grammes par seconde, correspondant aux trois mesures, par les formules :

$$D_1 = \frac{m_1}{t_1} \quad D_2 = \frac{m_2}{t_2} \quad D_3 = \frac{m_3}{t_3}$$

où  $m_1$ ,  $m_2$ ,  $m_3$ ,  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$ , ont la signification indiquée en 5.4.1.

Calculer la moyenne arithmétique des trois valeurs : soit  $D$  le débit, en grammes par seconde, correspondant à la pression d'essai.

\* 1 kPa = 1 kN/m<sup>2</sup>.

## 6.2 Calcul des gradients de vitesse et des viscosités apparentes

Pour chacune des valeurs de débit  $D$  (calculée selon 6.1), calculer le gradient de vitesse et la viscosité apparente à l'aide des formules indiquées dans le tableau suivant (voir notes 1 et 2).

Caractéristiques	Filière cylindrique quelconque	Filière A	Filière B
Gradient de vitesse, $\epsilon$ $s^{-1}$	$\frac{4D}{\pi r^3 \rho}$	$377 \frac{D}{\rho}$	
Viscosité apparente, $\eta_{app}$ Pa.s	$10^3 \frac{\pi r^4 p \rho}{8 h D}$	$44 \times 10^{-3} \frac{p \rho}{D}$	$88 \times 10^{-3} \frac{p \rho}{D}$

où

$r$  est le rayon du canal cylindrique de la filière, en centimètres;

$h$  est la hauteur du canal cylindrique de la filière, en centimètres;

$p$  est la pression d'essai, en kilopascals;

$D$  est le débit de la pâte à la pression  $p$ , en grammes par seconde (calculée selon 6.1);

$\rho$  est la masse volumique de la pâte à 23 °C, en grammes par centimètre cube.

### NOTES

1 En toute rigueur, ces formules sont applicables à des fluides newtoniens. Elles ont cependant été retenues dans le cas des pâtes PVC, en raison de leur plus grande facilité d'utilisation et parce que

les valeurs déterminées sont suffisamment exactes pour les buts recherchés. En annexe figurent, à titre d'information, les formules exactes.

2 La contrainte de cisaillement,  $\sigma$ , est égale à  $\eta \epsilon$  et peut être calculée pour chaque pression d'essai par la formule  $\sigma = p r/2 h$ .

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Indiquer les valeurs de viscosité apparente pour les gradients de vitesse correspondants, sous forme d'un tableau (voir figure 4).

Tracer la courbe des viscosités apparentes (ordonnées) en fonction des gradients de vitesse (abscisses). Un exemple de courbe est donné à la figure 4.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence de la présente Norme internationale;
- identification complète de la résine PVC pour pâte et plastifiant;
- formule de la pâte;
- masse volumique de la pâte;
- filière utilisée;
- durée éventuelle de conditionnement à 23 °C avant mesurage;
- tableau des valeurs de viscosité apparente pour les gradients de vitesse correspondants;
- éventuellement, un graphique des viscosités apparentes en fonction des gradients de vitesse.

## ANNEXE

### FORMULES POUR LES FLUIDES NON NEWTONIENS

Les formules exactes pour les fluides non newtoniens font intervenir le terme  $m$ , inverse de l'indice non newtonien  $n$ , et sont les suivantes :

Caractéristiques	Filière cylindrique quelconque
Gradient de vitesse, $\epsilon$ $s^{-1}$	$\frac{(m+3)D}{\pi r^3 \rho}$
Viscosité apparente, $\eta_{app}$ Pa.s	$10^3 \frac{\pi r^4 p \rho}{2 h (m+3) D}$

où les symboles (autres que  $m$ ) ont la même signification et sont exprimés dans les mêmes unités que celles présentées en 6.2.

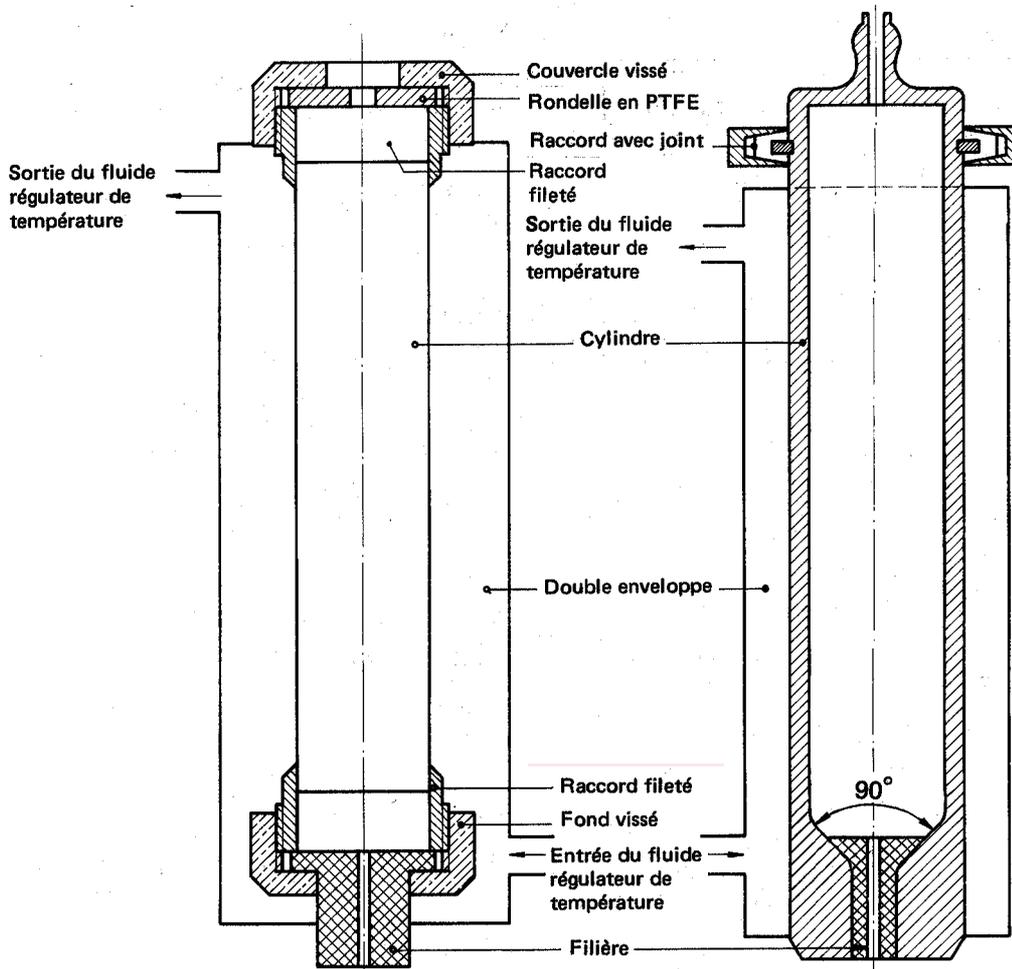


FIGURE 1 – Croquis de principe de deux types de rhéomètres Severs

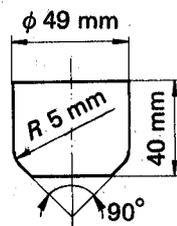
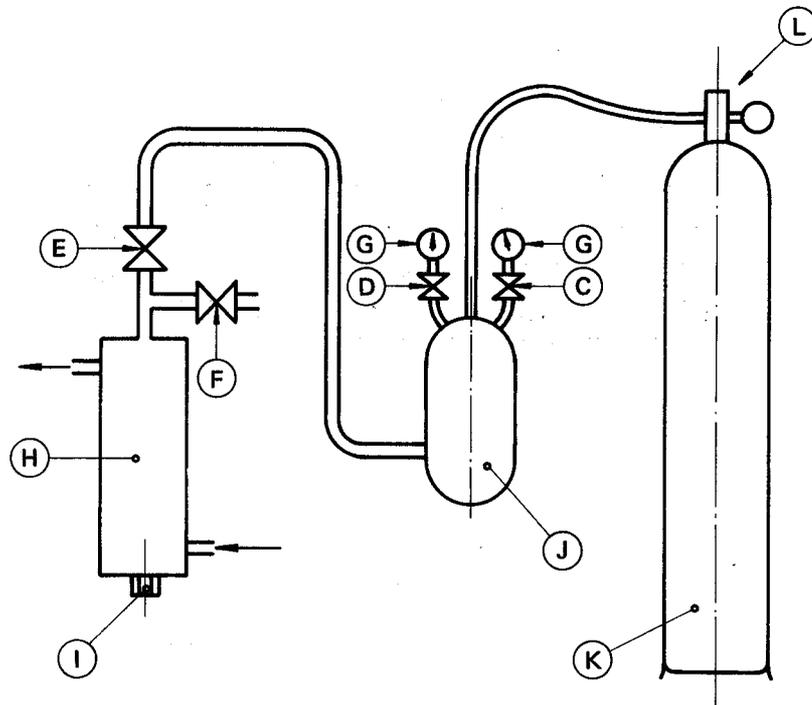


FIGURE 2 – Piston



- (C) } Vannes
- (D) }
- (E) Vanne d'entrée de l'azote sous pression
- (F) Vanne de sortie dans l'atmosphère
- (G) Manomètres (avec échelles différentes)
- (H) Rhéomètre Severs
- (I) Filière
- (J) Pot de détente
- (K) Bouteille d'azote sous pression
- (L) Détendeur

FIGURE 3 – Exemple de dispositif de mise en pression