

97

Norme internationale



6388

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

Agents de surface — Détermination des propriétés d'écoulement au moyen d'un viscosimètre rotatif

Surface active agents — Determination of flow properties using a rotational viscometer

Première édition — 1983-08-15

CDU 661.185 : 620.1 : 532.13

Réf. n° : ISO 6388-1983 (F)

Descripteurs : agent de surface, essai, détermination, viscosité, viscosimètre.

Prix basé sur 7 pages

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 6388 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comités membres en avril 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pays-Bas
Allemagne, R.F.	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Suisse
Autriche	Iran	Tchécoslovaquie
Belgique	Irlande	URSS
Canada	Japon	
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Agents de surface — Détermination des propriétés d'écoulement au moyen d'un viscosimètre rotatif

0 Introduction

Pour la détermination du comportement rhéologique de l'ensemble des agents de surface, on utilise un viscosimètre rotatif qui est adapté à l'étude de substances à comportement rhéologique complexe comme les plastiques, les peintures, etc.

Compte tenu de l'existence de l'ISO 3219 établie dans le cadre des plastiques, il est apparu opportun de s'y référer en ce qui concerne les définitions et l'appareillage, et de la compléter en ce qui concerne la détermination propre aux agents de surface.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de caractérisation des propriétés d'écoulement des agents de surface non solides, seuls ou en mélange, et des produits contenant essentiellement des agents de surface, au moyen d'un viscosimètre rotatif à cylindres coaxiaux, à cône et plan, à double cône, etc.

NOTE — Le comportement rhéologique du système contenant des agents de surface est fréquemment entaché d'anomalies. Ces dernières sont dues, la plupart du temps, aux tendances à l'association des molécules des agents de surface. Le comportement rhéologique des agents de surface est essentiellement variable en fonction de la nature et de la concentration de ces derniers; de faibles variations de température, de concentration de sels minéraux et la présence de toute autre substance peuvent également faire varier le comportement rhéologique des agents de surface. Il arrive parfois que le type même de rhéologie soit changé. La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale essaie de tenir compte de toutes ces remarques. Pour certains agents de surface bien particuliers, il est possible d'utiliser d'autres méthodes de mesurage. Pour les systèmes newtoniens, on signalera par exemple l'ISO 3104 et l'ISO 1652 qui sont beaucoup plus précises.

Lorsque le caractère newtonien d'un système est contestable, la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale permet de choisir l'appareil de mesure qui permettra une détermination.

2 Références

ISO 607, *Agents de surface et détergents — Méthodes de division d'un échantillon.*

ISO 862, *Agents de surface — Vocabulaire.*¹⁾

ISO 1652, *Latex d'élastomère — Détermination de la viscosité.*

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 862.)

2) $1 \text{ N}\cdot\text{s}/\text{m}^2 = 1 \text{ Pa}\cdot\text{s} = 10^3 \text{ cP}$ (centipoise)

$1 \text{ mN}\cdot\text{s}/\text{m}^2 = 1 \text{ mPa}\cdot\text{s} = 1 \text{ cP}$ (centipoise)

ISO 3104, *Produits pétroliers — Liquides opaques et transparents — Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.*

ISO 3219, *Plastiques — Polymères à l'état liquide ou en émulsion ou dispersion — Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif à gradient de vitesse de cisaillement défini.*

3 Définitions, symboles et unités

3.1 Généralités

La viscosité d'un fluide cisailé entre deux plans parallèles, dont l'un se déplace par rapport à l'autre d'un mouvement linéaire et uniforme dans son propre plan, est définie par l'équation de Newton :

$$\eta = \frac{\tau}{D}$$

où

η est la viscosité (dynamique);

τ est la contrainte de cisaillement;

$D = \frac{dv}{dz}$ est le gradient de vitesse de cisaillement,

v étant la vitesse d'un plan par rapport à l'autre, et

z étant la coordonnée perpendiculaire aux deux plans.

NOTE — Les produits dont la viscosité est indépendante du gradient de vitesse de cisaillement auquel est effectué le mesurage sont considérés comme ayant un comportement newtonien, et sont dits «newtoniens». Les autres sont considérés comme ayant un comportement non newtonien et sont dits «non newtoniens».

La viscosité apparente d'un produit non newtonien η_a est le rapport de la contrainte de cisaillement produite au gradient de vitesse de cisaillement appliqué.

La valeur de la viscosité apparente, fonction du gradient de vitesse de cisaillement, peut dépendre des hystérésis rhéologiques et thermiques de l'échantillon se trouvant dans l'appareil.

La dimension de la viscosité est $\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}$ et, dans le Système International SI, l'unité est le newton seconde par mètre carré ($\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$) ou le pascal seconde ($\text{Pa}\cdot\text{s}$).²⁾

3.2 Phénomènes rhéologiques (voir figures 1 et 2).

3.2.1 pseudo-plasticité (viscosité structurelle) : Dans des conditions isothermes et réversibles, diminution sans hystérésis de la viscosité apparente, avec un gradient de vitesse de cisaillement croissant.

3.2.2 dilatance : Dans des conditions isothermes et réversibles, augmentation sans hystérésis de la viscosité apparente, avec un gradient de vitesse de cisaillement croissant.

3.2.3 viscosité en fonction du temps : Dans des conditions isothermes et réversibles, modification de la viscosité apparente au cours de l'écoulement avec une vitesse de cisaillement constante.

3.2.3.1 thixotropie : Dans des conditions isothermes et réversibles, diminution de la viscosité, sous l'effet du cisaillement, à partir de la viscosité au repos (immédiatement après le début du cisaillement) jusqu'à la valeur finale (dépendante de la vitesse de cisaillement).

Lorsque le cisaillement cesse, la valeur de la viscosité au repos doit être retrouvée après un certain temps, le « temps de recouvrance ».

3.2.3.2 rhéopexie : Phénomène où le temps de recouvrance, après cessation du cisaillement relativement élevé, est raccourci après application d'un petit cisaillement.

3.2.3.3 antithixotropie : Dans des conditions isothermes et réversibles, augmentation de la viscosité, sous l'effet du cisaillement, à partir de la viscosité au repos (immédiatement après le début du cisaillement) jusqu'à la valeur finale (dépendante de la vitesse de cisaillement).

Lorsque le cisaillement cesse, la valeur de la viscosité au repos doit être retrouvée après un certain temps, le « temps de recouvrance ».

3.2.3.4 hystérésis rhéologique : Dans des conditions isothermes et réversibles, si le gradient de vitesse de cisaillement croît de façon linéaire en fonction du temps depuis la valeur zéro jusqu'à une valeur maximale (courbe supérieure) et puis décroît de la même manière (courbe inférieure), le gradient de vitesse de cisaillement porté sur un diagramme en fonction de la contrainte de cisaillement décrit une courbe d'hystérésis qui est utilisée pour rechercher et caractériser la thixotropie ou l'antithixotropie.

3.2.4 plasticité : Un corps plastique se comporte comme un corps élastique lorsqu'il est soumis à une tension inférieure à une certaine valeur critique, τ_0 , la « tension d'écoulement ». Au-dessus de cette valeur limite, un écoulement se produit. Lorsque la fonction $D = f(\tau)$ (D étant le gradient de la vitesse de cisaillement) pour $\tau > \tau_0$ est représentée par une droite, on dit que ce produit est un corps plastique de Bingham.

4 Principe

Détermination des propriétés d'écoulement d'une prise d'essai à comportement newtonien ou non newtonien au moyen d'un viscosimètre rotatif à spécifications définies, permettant en même temps pour celle à comportement newtonien le mesurage du gradient de vitesse de cisaillement auquel est effectuée la détermination, tandis que pour celle à comportement non newtonien le mesurage éventuel de différents gradients de vitesse de cisaillement apparents utilisés pour la détermination.

5 Substances étalons

Des liquides newtoniens doivent être utilisés comme substances étalons.

6 Appareillage

6.1 Viscosimètres, à cylindres coaxiaux, à cône et plan, à double cône, ou combinant deux de ces types avec les spécifications suivantes :

6.1.1 Pour les appareils à cylindres coaxiaux, dont les diamètres externe et interne des cylindres (stator ou rotor) sont respectivement d_e et d_i , la valeur du rapport d_e/d_i doit être la plus faible possible et, de préférence, inférieure ou égale à 1,10 et, en aucun cas, supérieure à 1,50. Dans le cas où l'appareil correspond à une valeur supérieure à 1,10, il faut l'indiquer dans le procès-verbal d'essai et, si possible, faire la correction qui doit également être indiquée dans le procès-verbal d'essai.¹⁾

En outre, si l'appareil ne comporte pas de dispositif géométrique (fond conique et anneau de garde au-dessus) de correction de l'effet de bout, la condition supplémentaire suivante doit être respectée :

$$\frac{h_i}{d_i} > 1,5$$

où h_i est la hauteur du cylindre intérieur.

6.1.2 Pour les appareils à cône et plan ou à double cône, la valeur de l'angle α , formé respectivement par la génératrice du cône et le plan ou les génératrices des deux cônes, doit être la plus faible possible et, de préférence, inférieure ou égale à 1° et, en aucun cas, supérieure à 4° . Dans le cas où l'angle α a une valeur supérieure à 1° , il faut l'indiquer dans le procès-verbal d'essai et, si possible, faire la correction qui doit également être indiquée dans le procès-verbal d'essai.¹⁾

6.1.3 Pour les appareils combinant deux des principes précédents, chacune des spécifications doit être respectée, à moins que l'un d'eux n'intervienne que pour un très faible pourcentage et puisse être considéré comme étant une correction.

6.1.4 Tous ces appareils doivent permettre, dans tous les cas, l'application de nombreuses vitesses de rotation.

1) Les formules de correction doivent normalement être fournies par le constructeur de l'appareil.

Ils doivent avoir, en ce qui concerne la viscosité, une précision d'au moins 2 % pour l'échelle totale de mesure, et cela pour chaque combinaison rotor/stator/vitesse.

Les limites de viscosité mesurables et les limites de gradient de vitesse que doit permettre l'appareil doivent être en rapport avec les mesurages à effectuer et les gradients désirés.

NOTE — Par l'emploi de leurs différents stators, rotors et vitesses, la plupart des appareils du commerce permettent de mesurer des viscosités dans une gamme qui comprend au moins l'étendue 10^{-2} à 10^3 Pa·s (10 à 10^6 cP).

Les gammes de gradients de vitesses de cisaillement permises par les différents appareils diffèrent beaucoup d'un appareil à un autre.

Le réglage et l'étalonnage de ces viscosimètres sont normalement effectués par le constructeur.

Les contrôles de ce réglage et de cet étalonnage, qu'il est recommandé d'effectuer de temps en temps, peuvent être réalisés au moyen de liquides de viscosité connue, soit par les laboratoires utilisateurs, soit par les laboratoires officiels.

6.2 Viscosimètres, à systèmes de mesure de géométrie non définie (plateau, forme en T, etc.).

6.3 Bains thermostatisés, permettant d'amener et de maintenir le produit en examen à la température de l'essai (normalement 23 °C) à 0,2 °C près.

Cette tolérance de $\pm 0,2$ °C est valable pour les températures comprises entre 0 et 50 °C. Par contre, pour des mesures de précision et dans la gamme des températures ordinaires, il peut être exigé une tolérance plus serrée (par exemple $\pm 0,1$ °C).

Il est à noter que, à fort gradient de vitesse de cisaillement, le mesurage lui-même entraîne un échauffement de la matière qu'il faut combattre, ou dont il convient de tenir compte par une correction (souvent indiquée par le constructeur du viscosimètre).

NOTE — En général, les viscosimètres du commerce comportent un dispositif de thermostatisation incorporé.

7 Échantillonnage

L'échantillon pour laboratoire d'agent de surface doit être préparé et conservé selon les prescriptions de l'ISO 607.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

À partir de l'échantillon pour laboratoire (chapitre 7) homogénéisé, prélever avec soin une prise d'essai absolument exempte de bulles d'air.

NOTES

1 Dans le cas de produits susceptibles de se séparer en deux phases dans une certaine gamme de températures, faire en sorte d'effectuer la détermination en dehors de cette gamme.

2 Dans le cas des produits dont le comportement dépend du temps, faire en sorte que les manipulations subies (chauffages inclus) soient toujours identiques et notées dans le procès-verbal d'essai.

8.2 Détermination

8.2.1 Introduire la prise d'essai (8.1) dans le récipient de mesure thermostatisé, et ajuster la température retenue pour la détermination. Plonger alors le cylindre de mesure coaxial ou tout autre système de mesure dans le récipient de mesure. Mettre en marche l'appareil à une vitesse constante de rotation et mesurer le moment du couple exercé.

Effectuer plusieurs mesurages sur le même échantillon et reproduire ce mesurage aux différents gradients de vitesse de cisaillement du viscosimètre.

8.2.2 Dans le cas des appareils à cylindres coaxiaux, la distribution radiale de la contrainte de cisaillement τ_r dans l'intervalle entre les cylindres coaxiaux est donnée par la formule

$$\tau_r = \frac{M}{2 \pi h} \times \frac{1}{r^2}$$

où

M est le moment du couple exercé;

h est la longueur de l'intervalle entre les cylindres coaxiaux;

r est le rayon considéré.

En tenant compte des cas spéciaux pour la contrainte de cisaillement au niveau des parois du cylindre intérieur et extérieur, τ_i et τ_e sont donnés respectivement par les formules

$$\tau_i = \frac{2 M}{\pi h} \times \frac{1}{d_i^2}$$

et

$$\tau_e = \frac{2 M}{\pi h} \times \frac{1}{d_e^2}$$

où

M et h ont les mêmes significations que précédemment;

d_i est le diamètre du cylindre intérieur;

d_e est le diamètre du cylindre extérieur.

8.2.2.1 Cas des produits newtoniens

Dans le cas des mesurages sur ces produits, le gradient de vitesse de cisaillement peut être calculé en multipliant la vitesse de rotation du cylindre par un coefficient dont la valeur est indiquée par le constructeur. En principe, on calcule le gradient de vitesse de cisaillement au niveau de la paroi du cylindre où le moment du couple est également mesuré.

Théoriquement, ce gradient est donné par les formules

$$D_i = \frac{4 \pi N}{60} \times \frac{d_e^2}{d_e^2 - d_i^2}$$

et

$$D_e = \frac{4 \pi N}{60} \times \frac{d_i^2}{d_e^2 - d_i^2}$$

où

D_i et D_e sont les gradients de vitesse de cisaillement, en secondes à la puissance moins un, respectivement au niveau du cylindre intérieur et du cylindre extérieur;

N est la vitesse de rotation du rotor, en tours par minute;

d_e et d_i ont les mêmes significations que précédemment.

NOTE — Lors de l'application des formules ci-dessus, peu importe lequel des deux cylindres tourne réellement.

8.2.2.2 Cas des produits non newtoniens

Dans le cas des mesurages sur ces produits, le gradient de vitesse de cisaillement existant sur la paroi de la partie mobile de l'appareil ne peut pas être calculé en multipliant la vitesse de rotation du cylindre par le coefficient correspondant aux corps newtoniens. Par contre, la valeur obtenue correspond au «gradient de vitesse de cisaillement apparent» désigné par D_a .

La relation entre D_a et τ_i ou τ_e est représentée par une courbe de «fluidité apparente». Le rapport τ_i/D_a ou τ_e/D_a correspond à la viscosité apparente.

NOTES

1 Lorsque le rapport d_e/d_i est inférieur ou égal à 1,10 et pour les liquides proches d'un comportement newtonien, la différence entre D_i , D_e et D_a est faible. On peut donc assimiler la viscosité η à la viscosité apparente η_a , c'est-à-dire qu'entre le comportement rhéologique et la courbe de rhéologie apparente, il n'y a pas de différence notable.

2 Dans le cas d'un comportement non newtonien du liquide ou d'un rapport des diamètres plus grand que 1,10 pour le système coaxial ou encore plus dans le cas d'un système de mesure à géométrie non définie, il faut, à la place de D_a , prendre comme variable la vitesse de rotation N du mobile. Une comparaison de ces courbes avec les courbes D_a en fonction de τ_i ou τ_e n'est pas possible.

8.3 Étalonage

Opérer de la même manière qu'en 8.2 avec des liquides newtoniens étalons (chapitre 5). Mesurer la viscosité sur chacun de ces liquides. Pour chaque appareil, utiliser la substance étalon adéquate.

La courbe représentant D en fonction de τ passe obligatoirement par l'origine. Pour tout autre appareil à géométrie non

définie, la courbe d'étalonnage doit être une droite passant par l'origine quelle que soit la nature des unités portées sur les axes de coordonnées.

9 Expression des résultats

9.1 Présenter les résultats de préférence soit sous forme d'une courbe de fluidité apparente D_a en fonction de τ_i ou τ_e , soit par un diagramme ou un tableau représentant la viscosité apparente η_a en fonction de D ou τ .

9.2 Pour des appareils à géométrie non définie, les résultats sont en général représentés par une courbe, qui porte en abscisses N et en ordonnées la valeur de la viscosité apparente correspondant à la vitesse de rotation N :

$$\frac{CM}{N} = \eta_a(N)$$

où

M est le moment du couple mesuré (ou toute autre grandeur qui lui serait proportionnelle);

N est la vitesse de rotation du mobile.

La constante d'étalonnage C est au préalable déterminée en mesurant $\eta_a(N)$ pour une substance newtonienne de référence dont la viscosité η est connue.

9.3 Pour des mesurages sur un corps plastique, il est indispensable de donner la tension d'écoulement τ_0 dans le cas où cette dernière serait connue avec précision.¹⁾

NOTES

1 Lorsqu'on procède à des essais d'hystérésis sur des produits thixotropes ou antithixotropes, il est indispensable de donner le programme de cisaillement ainsi que la façon dont le produit a été manipulé.

2 La courbe de fluidité et la viscosité apparente dépendent entre autres tout spécialement de la géométrie du corps utilisé, pour les appareils à géométrie définie ou non. Il n'est possible de comparer entre elles des courbes que lorsqu'elles ont été obtenues avec le même type d'appareil.

Du fait de leur composition, de nombreuses solutions concentrées ou des pâtes donnent des résultats incertains d'un mesurage à un autre. En effet, il est difficile de donner des méthodes de préparation d'échantillons reproductibles.

On possède alors seulement des informations sur l'allure des courbes qui peuvent être établies. Aucune conclusion sur le type de rhéologie du système ne peut alors être tirée.

On insistera tout particulièrement sur le fait que de nombreux agents de surface voient leur comportement rhéologique modifié par la présence de faibles quantités d'impuretés, d'électrolytes, de solvants, d'agents hydrophobes, ainsi que par une variation de température.

1) De nombreux viscosimètres à rotation sont équipés pour mesurer avec précision la tension d'écoulement.

9.4 La précision des mesures obtenues dépend tout particulièrement de la propriété d'écoulement. Il faut ajouter à cela l'influence de la prise d'échantillon, du programme de cisaillement et du système de mesure. C'est pour ces raisons que, d'un cas à un autre, la précision demandée doit être explicitée.

10 Procès-verbal d'essai

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

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la référence de la méthode adoptée (référence à la présente Norme internationale);
- c) les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) les conditions de l'essai :

- données sur l'homogénéité de l'échantillon,
- description de la prise d'échantillon et de la préparation de l'échantillon (tout particulièrement dans le cas de l'interaction de la durée du cisaillement),
- température de mesure,
- système de mesure avec détails sur le corps de mesure utilisé, le rapport des diamètres des cylindres et la dimension de l'intervalle,
- programme de cisaillement, nombre de paliers de vitesse, durée de la mesure par palier, durée totale du cisaillement;

e) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.