

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9371

Première édition
1990-12-15

Plastiques — Résines phénoliques liquides ou en solution — Détermination de la viscosité

*Plastics — Phenolic resins in the liquid state or in solution —
Determination of viscosity*



Numéro de référence
ISO 9371:1990(F)

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9371 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Plastiques — Résines phénoliques liquides ou en solution — Détermination de la viscosité

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit les conditions particulières pour la détermination de la viscosité des résines phénoliques liquides ou en solution.

Elle prescrit les deux types de méthodes suivants.

a) Méthodes de référence:

- 1) Détermination à l'aide d'un viscosimètre à gradient de vitesse défini
- 2) Détermination à l'aide d'un viscosimètre capillaire Ubbelohde

b) Méthodes de contrôle:

- 1) Détermination à l'aide d'un viscosimètre rotatif
- 2) Détermination à l'aide d'un viscosimètre à chute de bille Hoeppler

D'autres méthodes peuvent être utilisées, à condition d'avoir vérifié qu'elles donnent les mêmes résultats.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2555:1989, *Plastiques — Résines à l'état liquide ou en émulsions ou dispersions — Détermination de la viscosité apparente selon le Procédé Brookfield.*

ISO 3105:1976, *Viscosimètres à capillaire, en verre, pour viscosité cinématique — Spécifications et modes d'emploi.*

ISO 3219:1977, *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 Généralités (valables pour les quatre méthodes)

Température d'essai

Sauf indications contraires, les déterminations doivent être effectuées à 23 °C, avec la tolérance prévue dans la méthode utilisée.

Mise en solution des résines solides

Le solvant utilisé et la concentration choisie doivent faire l'objet d'un accord entre les parties concernées.

Expression des résultats

Les viscosités dynamiques doivent être exprimées en millipascals secondes (mPa·s) et les viscosités cinématiques en millimètres carrés par seconde (mm²/s).

4 Méthodes de référence pour la détermination de la viscosité

4.1 Détermination à l'aide d'un viscosimètre à gradient de vitesse défini

Suivre les prescriptions de l'ISO 3219, soit pour effectuer une détermination de la viscosité à un

gradient de vitesse défini, soit pour faire une étude rhéologique de la résine et, en particulier, pour établir la courbe de la viscosité en fonction du gradient de vitesse.

4.2 Détermination à l'aide d'un viscosimètre capillaire Ubbelohde

4.2.1 Domaine d'application

Le présent paragraphe prescrit une méthode de référence pour la détermination de la viscosité cinématique des résines phénoliques liquides, ou mises en solution dans un solvant approprié et à une concentration donnée, choisis par accord entre les parties concernées. La méthode convient pour la détermination de la viscosité cinématique dans un intervalle de 2 mm²/s à 10 000 mm²/s.

NOTE 1 La viscosité cinématique caractérise les fluides newtoniens. Étant donné que les résines et celles en solution sont non newtoniennes, les déterminations de la viscosité par cette méthode fourniront une viscosité cinématique apparente obtenue dans des conditions spécifiques.

4.2.2 Référence normative

ISO 653:1980, *Thermomètres de précision, sur tige, type long*.

4.2.3 Principe

Mesurage du temps mis par un volume déterminé d'une prise d'essai de la résine liquide ou mise en solution, contenue dans le réservoir d'un visco-

simètre en verre, pour s'écouler par un capillaire calibré sous une charge de liquide exactement reproductible à une température rigoureusement contrôlée.

4.2.4 Appareillage

4.2.4.1 Viscosimètre Ubbelohde.

Les détails de conception et de construction sont donnés à la figure 1. Le tableau 1 donne les constantes *C* approximatives (voir annexe A), le diamètre des capillaires ainsi que les intervalles de viscosité correspondants. Le volume du réservoir *C* est de 4 ml pour les viscosimètres dont les constantes sont comprises entre 0,01 mm²/s² et 0,05 mm²/s², de 5 ml pour les constantes de 0,1 mm²/s² à 1,0 mm²/s² et de 6 ml pour les constantes de 3,0 mm²/s² à 10,0 mm²/s².

Les viscosimètres du type Ubbelohde conformes à la figure 1 doivent être équipés de supports permettant de respecter les dimensions de montage des tubes séparés du viscosimètre, telles qu'elles sont indiquées à la figure 1, et de maintenir le viscosimètre verticalement comme prescrit dans le mode opératoire.

Les repères de remplissage (G et H) du réservoir A indiquent les quantités minimale et maximale fournissant la charge nécessaire pour un fonctionnement correct.

Tableau 1 — Dimensions, constantes *C* approximatives et zone de viscosité cinématique du viscosimètre Ubbelohde

Constante <i>C</i> approximative mm ² /s ²	Diamètre intérieur des capillaires mm (± 2 %)	Volume du réservoir <i>C</i> ml (± 5 %)	Intervalle d'utilisation Viscosité cinématique mm ² /s ² *)
0,01	0,58	4	2 à 10
0,03	0,78	4	6 à 30
0,05	0,88	4	10 à 50
0,1	1,03	5	20 à 100
0,3	1,36	5	60 à 300
0,5	1,55	5	100 à 500
1,0	1,83	5	200 à 1 000
3,0	2,43	6	600 à 3 000
5,0	2,75	6	1 000 à 5 000
10,0	3,27	6	2 000 à 10 000

*) 1 mm²/s = 1 cSt

Dimensions en millimètres

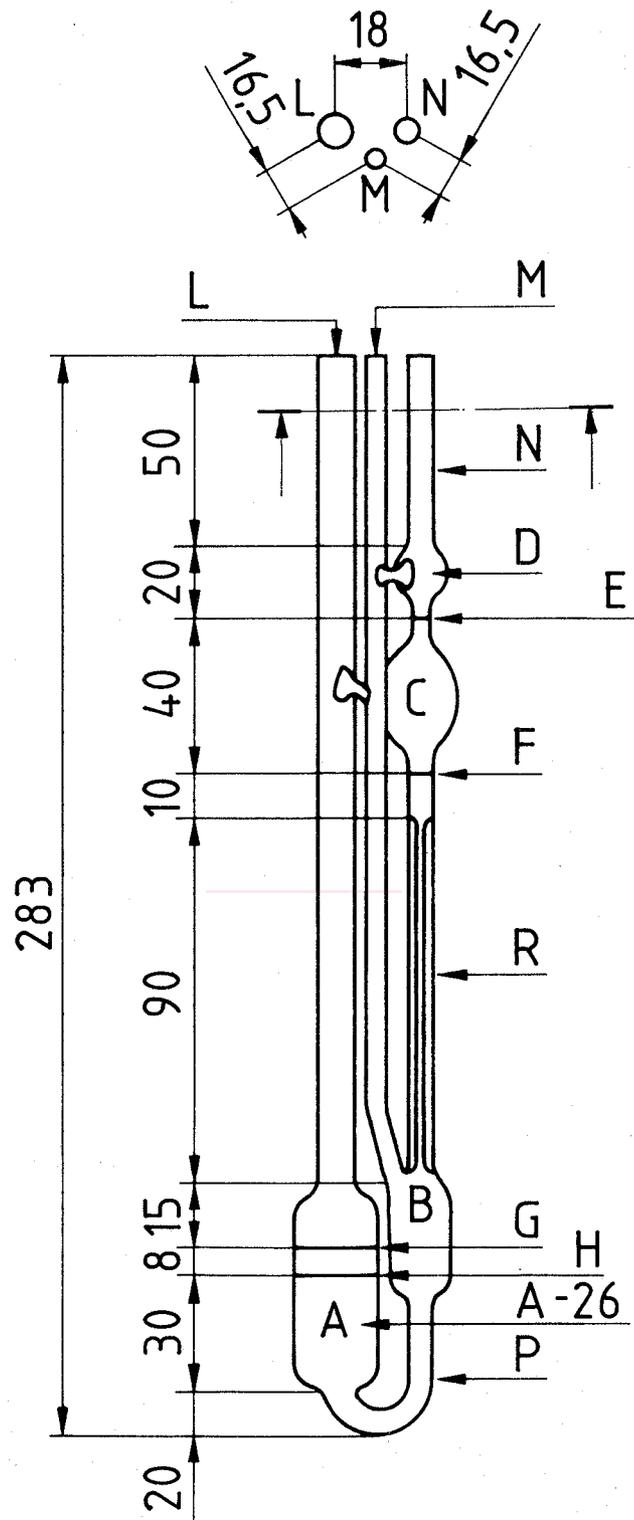


Figure 1 — Détails d'un viscosimètre capillaire Ubbelohde

4.2.4.2 Bain thermorégularisé, permettant d'immerger le viscosimètre de manière que le réservoir de liquide ou le sommet du capillaire soit à au moins 30 mm au-dessous du niveau supérieur du bain et que la visibilité du tube et du thermomètre soit assurée. Un support rigide doit être prévu pour maintenir le tube dans la position verticale à 1° près.

Le bain doit être équipé d'un dispositif de chauffage et d'un agitateur tels que l'efficacité de l'agitation et l'équilibre entre les pertes de chaleur et la chaleur apportée permettent de maintenir le bain à une température de $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ sur toute la longueur du viscosimètre, ou d'un viscosimètre à un autre.

4.2.4.3 Entonnoir filtrant, en verre fritté, de porosité moyenne (diamètre moyen des pores compris entre 40 µm et 50 µm).

4.2.4.4 Chronomètre, précis à 0,1 s.

4.2.4.5 Thermomètre sur tige, type long, échelle principale de 20 °C à 45 °C, gradué en 0,1 °C, conforme à l'ISO 653 (STL/0,1/20/45).

4.2.4.6 Moyen d'obtention d'un vide suffisant, au sommet du tube N, afin d'élever le niveau de la résine ou de celle en solution au niveau nécessaire du réservoir C pour le déroulement de l'essai (voir 4.2.5.3).

4.2.5 Mode opératoire

4.2.5.1 Étalonnage du viscosimètre

Étalonner le viscosimètre (4.2.4.1) avant sa première utilisation, puis périodiquement (voir annexe A). En général, les viscosimètres sont fournis avec des constantes, mais il est recommandé de les vérifier.

4.2.5.2 Nettoyage du viscosimètre

Initialement puis périodiquement, nettoyer le viscosimètre à l'aide d'une solution d'acide chromique. La solution acide doit rester dans le viscosimètre au moins 12 h à la température ambiante ou moins longtemps si la température est plus élevée. Vider ensuite le viscosimètre, le rincer d'abord à l'eau déionisée distillée, puis à l'acétone et le sécher dans un courant d'air sec filtré.

Entre deux déterminations successives, nettoyer le viscosimètre à fond en le rinçant avec un solvant convenable très volatil. Sécher le tube en y faisant passer un lent courant d'air sec filtré durant 2 min ou jusqu'à ce que les traces de solvant soient toutes éliminées.

4.2.5.3 Détermination de la viscosité

Remplir le viscosimètre (4.2.4.1) en faisant passer le liquide à travers l'entonnoir filtrant en verre fritté (4.2.4.3). Pour cela, incliner le viscosimètre d'environ 30° par rapport à la verticale, le réservoir A (voir figure 1) se trouvant au-dessous du capillaire.

Introduire suffisamment de liquide dans le tube L pour amener le niveau jusqu'au repère de remplissage inférieur (H) mais au-dessous du repère de remplissage supérieur (G) lorsque le viscosimètre est redressé verticalement et que le liquide s'est écoulé du tube. Le tube en U (P) doit être complètement rempli sans renfermer de bulles d'air.

Immerger le viscosimètre dans le bain thermorégularisé (4.2.4.2) en utilisant le support pour s'assurer que le viscosimètre est bien vertical.

Maintenir le bain thermostaté à $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$. Laisser le viscosimètre chargé dans le bain suffisamment longtemps pour que la température de $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ soit atteinte. Placer un doigt sur le tube M et aspirer par le sommet du tube N jusqu'à ce que le liquide atteigne le centre du réservoir D.

Débrancher l'aspiration du tube N. Retirer le doigt du tube M et le placer immédiatement sur le tube N jusqu'à ce que le liquide dans et au-dessus du tube M se soit égoutté de l'extrémité inférieure du capillaire (R). Retirer alors le doigt du tube N et mesurer, à 0,1 s près, le temps que met le ménisque pour passer du premier repère (E) au second (F). Un temps d'écoulement d'au moins 200 s est nécessaire. Si la durée d'écoulement est inférieure à 200 s, choisir un viscosimètre à capillaire plus fin et recommencer la détermination. Effectuer deux déterminations avec des échantillons pour essai différents.

4.2.6 Expression des résultats

La viscosité cinématique ν , exprimée en millimètres carrés par seconde, est donnée par l'équation

$$\nu = C(t_m - \Delta t)$$

où

C est la constante du viscosimètre, exprimée en millimètres carrés par seconde carrée (voir article A.1);

t_m est le temps d'écoulement mesuré, exprimé en secondes;

Δt est la correction du temps d'écoulement, exprimée en secondes (voir article A.2).

Calculer la moyenne arithmétique des deux déterminations. Dans le cas où elles diffèrent de plus de 5 % en valeur relative, recommencer la détermi-

nation en double avec des échantillons pour essai différents.

5 Méthodes de contrôle pour la détermination de la viscosité

5.1 Détermination à l'aide d'un viscosimètre rotatif

Suivre les prescriptions de l'ISO 2555.

Le tableau 2 donne la viscosité mesurable pour sept mobiles, mesurée à une fréquence de rotation du mobile de 50 min⁻¹.

Tableau 2 — Viscosités mesurables à l'aide d'un viscosimètre rotatif

Mobile n°	Viscosité mesurable mPa·s ¹⁾
1	40 (20) à 190 (95)
2	190 (24) à 760 (95)
3	760 (38) à 1 900 (95)
4	1 900 (47,5) à 3 800 (95)
5	3 800 (47,5) à 7 600 (95)
6	7 600 (38) à 19 000 (95)
7	19 000 (24) à 76 000 (95)

¹⁾ Entre parenthèses figure la graduation correspondante de l'échelle 0 à 100, la limite supérieure étant toujours 95 sur cette échelle.

Dans le cas de résines destinées à la fabrication d'adhésifs, il est recommandé d'employer une fréquence de rotation de 20 min⁻¹.

Dans le cas où l'on désire comparer les viscosités de deux résines, il est préférable, dans toute la mesure du possible, d'opérer avec le même mobile,

même si cela est en contradiction avec le tableau 2. Cela doit être mentionné dans le rapport d'essai.

5.2 Détermination à l'aide d'un viscosimètre à chute de bille Hoesppler

En attendant qu'une Norme internationale soit disponible, utiliser la méthode prescrite dans l'annexe B.

6 Rapport d'essai (valable pour les quatre méthodes)

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon de résine soumis à l'essai;
- solvant et concentration choisis dans le cas d'une résine solide mise en solution;
- température d'essai retenue;
- méthode utilisée;
- si un viscosimètre rotatif a été utilisé, préciser le numéro du mobile;
- résultats, exprimés en pascals secondes et calculés conformément aux prescriptions de l'article «Expression des résultats» de la méthode particulière mise en œuvre (voir la Norme internationale appropriée, ou le paragraphe 4.2.6 ou l'article B.6 de la présente Norme internationale);
- date de l'essai.

Annexe A (normative)

Étalonnage des viscosimètres Ubbelohde

Chaque viscosimètre doit être étalonné avant son utilisation car des viscosimètres ayant des constantes similaires peuvent avoir des différences de géométrie, entraînant des différences de correction d'énergie cinétique.

A.1 Détermination de la constante C du viscosimètre

Déterminer, à 0,1 s près et à une température de $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$, le temps d'écoulement d'une huile de référence¹⁾ dont la viscosité est telle que ce temps soit supérieur à 200 s.

Dans ces conditions, la correction d'énergie cinétique est négligeable, et la constante C du viscosimètre peut être calculée à l'aide de l'équation

$$C = \frac{v}{t}$$

où

v est la viscosité cinématique, exprimée en millimètres carrés par seconde, de l'huile de référence à 23 °C ;

t est le temps d'écoulement, exprimé en secondes.

A.2 Détermination de la correction Δt à apporter au temps d'écoulement pour des liquides de moindre viscosité

Déterminer le temps d'écoulement, en secondes, dans le même viscosimètre et à la même température, d'au moins trois huiles de référence de viscosité inférieure à celle de l'huile de référence utilisée

pour la détermination de la constante du viscosimètre (article A.1). Les temps d'écoulement doivent s'étagier entre 60 s et 200 s.

Calculer pour chaque huile la correction Δt , représentant la différence entre le temps d'écoulement mesuré et le temps d'écoulement normal qui devrait être trouvé en l'absence de consommation de l'énergie hydrostatique sous forme d'énergie cinétique, à l'aide de l'équation

$$\Delta t = t_m - \frac{v}{C}$$

où

t_m est le temps d'écoulement mesuré, exprimé en secondes;

v est la viscosité cinématique, exprimée en millimètres carrés par seconde, de l'huile de référence à $23\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$;

C est la constante du viscosimètre, exprimée en millimètres carrés par seconde, déterminée conformément à l'article A.1.

À l'aide de chaque couple de valeurs $\{t_m, \Delta t\}$ obtenu pour chacune des huiles, tracer la courbe

$$\Delta t = f(t_m)$$

Cette courbe permet, lors de chaque essai sur un échantillon de résine phénolique, la détermination de Δt en fonction du temps d'écoulement mesuré t_m .

Δt permet alors le calcul de la viscosité d'un échantillon pour essai de résine phénolique (voir 4.2.6).

1) Ces huiles de référence sont fournies par des organismes officiels dans divers pays.

Annexe B (normative)

Détermination de la viscosité à l'aide d'un viscosimètre à chute de bille Hoesppler

B.1 Domaine de mesure et domaine de température

Domaine de mesure: 0,6 mPa·s à 250 000 mPa·s

Temps de chute de la bille:

- > 60 s pour la bille n° 1
- > 50 s pour les billes nos 2 à 4
- > 30 s pour les billes nos 5 et 6

Domaine de température: -20 °C à +120 °C.

B.2 Principe

Mouvement de roulement et de glissement de la bille dans un tube cylindrique incliné rempli du liquide en essai. Mesurage du temps mis par la bille pour parcourir la distance entre deux repères situés sur le tube. Calcul de la viscosité dynamique du liquide, exprimée en millipascals secondes (mPa·s) à partir de ce temps.

B.3 Appareillage

B.3.1 Viscosimètre à chute de bille (voir figure B.1).

L'appareil est constitué par un tube de mesure (tube à chute de bille) dans lequel est placé le liquide en essai; il doit être constitué d'un tube en verre calibré, thermiquement stabilisé, en verre borosilicaté avec un coefficient de dilatation linéique de

$3,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et six billes de 15,81 mm à 11 mm de diamètre (voir tableau B.1), les billes nos 1 à 4 ayant le même coefficient de dilatation linéique que le tube.

Parce que la constante K de l'appareil dépend de la largeur du tube, les valeurs données dans le tableau B.1 s'appliquent seulement à un diamètre de tube de 15,94 mm. Des imperfections dans le tube ou la bille ont un effet d'autant plus grand que l'intervalle de mesure est plus étroit. Dans le but de garder les erreurs dans des limites acceptables, avec le diamètre de tube prescrit de 15,94 mm, le diamètre de la bille n° 1 ne doit pas être plus grand que 15,82 mm.

Le tube de mesure a deux repères circulaires délimitant la distance de mesure. Il est entouré par une jaquette tubulaire en verre pour contenir le liquide du bain thermorégularisé, et fixé par un socle de manière que l'axe du tube soit incliné de $10^\circ \pm 1^\circ$ par rapport à la verticale pendant le mesurage. Le tube à chute de bille et la jaquette tubulaire en verre peuvent pivoter autour de socle en vue de faire revenir la bille à sa position de départ. Le tube de mesure est fermé par deux bouchons dont l'un contient un capillaire et un espace creux. Cette fermeture empêche des variations de pression inacceptables et l'entrée d'air dues aux fluctuations de température. Le système entoure complètement le liquide en essai, ce qui exclut le risque d'évaporation et la formation d'une peau. Le socle est muni d'un niveau à alcool et de pieds montés sur vis pour ajuster le niveau. Un thermomètre remplaçable (B.3.2) est adapté pour un contrôle précis de la température.

Dimensions en millimètres

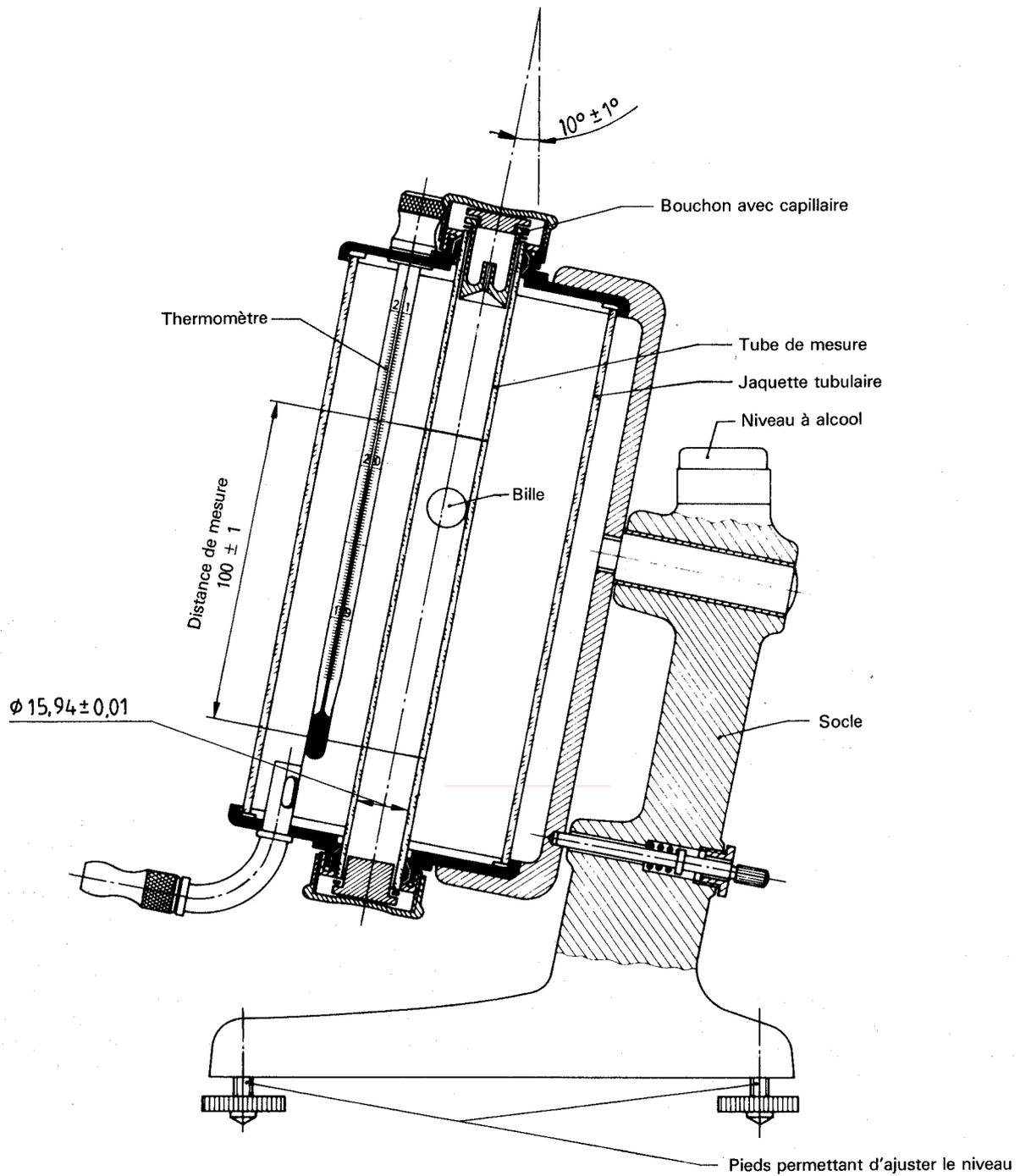


Figure B.1 — Viscosimètre à chute de bille