

NORME
INTERNATIONALE

ISO
12058-1

Première édition
1997-04-01

**Plastiques — Détermination de la viscosité
au moyen d'un viscosimètre à chute de
bille —**

Partie 1:
(Méthode du tube incliné)

[ISO 12058-1:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbaaa5e4-8bb0-4f8e-b666-5806e70e7b63/iso-12058-1-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbaaa5e4-8bb0-4f8e-b666-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbaaa5e4-8bb0-4f8e-b666-5806e70e7b63/iso-12058-1-1997)

*Plastics — Determination of viscosity using a falling-ball viscometer —
Part 1: Inclined-tube method*



Numéro de référence
ISO 12058-1:1997(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 12058-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Elle annule et remplace l'annexe B de l'ISO 9371:1990.

L'ISO 12058 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre à chute de bille*:

- *Partie 1: Méthode du tube incliné*
- *Partie 2: Méthode de la bille en chute libre*

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Plastiques — Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre à chute de bille —

Partie 1: Méthode du tube incliné

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 12058 prescrit les principes généraux d'une méthode, utilisant un viscosimètre à chute de bille en tube incliné, pour la détermination de la viscosité des polymères et des résines à l'état liquide en émulsion ou en dispersion. Elle est applicable dans une plage de mesurage de la viscosité de 0,6 mPa·s à 250 000 mPa·s (plage des températures de - 20 °C à + 120 °C), aux liquides dont la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement sont proportionnelles, ce qui signifie que la viscosité de ces liquides est indépendante de la vitesse de cisaillement. Ce comportement idéal est couramment dénommé «visco-élasticité newtonienne». Lorsque les caractéristiques d'un liquide donné ne correspondent pas à ce comportement, il arrive que l'on obtienne des résultats différents quand on utilise des viscosimètres de géométries différentes, tels que les viscosimètres capillaires et rotatifs.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 12058. 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 partie de l'ISO 12058 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiqués ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2811-1:—¹⁾, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 1: Méthode du pycnomètre.*

3 Principe

La viscosité d'un liquide est déterminée en observant le comportement, sous l'effet de la pesanteur, d'un solide sphérique lâché dans un tube cylindrique incliné, rempli de ce liquide.

4 Paramètre mesuré et unités

Viscosité dynamique, exprimée en millipascals secondes (mPa·s).

1) À publier. (Révision de l'ISO 2811:1974)

5 Plage de mesurage et plage des températures

Plage de mesurage de la viscosité:	de 0,6 mPa·s à 250 000 mPa·s
Durée de chute minimale pour la bille:	60 s pour la bille n° 1 2) 50 s pour les billes nos 2 à 4 30 s pour les billes nos 5 et 6
Plage des températures:	de - 20 °C à + 120 °C

6 Appareillage

6.1 Viscosimètre à chute de bille ³⁾ (voir figure 1)

L'appareillage se compose, d'une part, d'un tube de mesure incliné (tube à chute de bille) remplis du liquide à soumettre à l'essai, en verre borosilicaté de précision, calibré et ayant été soumis à un vieillissement thermique, avec un coefficient de dilatation linéique de $3,3 \times 10^{-6} \text{ °C}^{-1}$, et, d'autre part, de six billes de 15,81 mm à 11,0 mm de diamètre (voir tableau 1), les billes nos 1 à 4 ayant le même coefficient de dilatation que le tube lui-même. Le tube de mesure et les billes doivent être exemptes de défauts afin de réduire les erreurs au minimum.

Tableau 1 — Billes destinées à être utilisées dans un viscosimètre à chute de bille à tube de mesure ayant un diamètre intérieur de $15,94 \text{ mm} \pm 0,01 \text{ mm}$

Bille n°	Matériau	Masse volumique, ρ_1 (type) g/cm ³	Diamètre mm	Ovalisation mm	Constante K (type) mPa·s·cm ³ /(g·s)	Plage de mesurage de la viscosité dynamique (type) mPa·s
1	Verre borosilicaté	2,4	$15,81 \pm 0,01$	$\pm 0,000 5$	0,007	de 0,6 à 10
2	Verre borosilicaté	2,4	$15,60 \pm 0,05$	$\pm 0,000 5$	0,09	de 7 à 130
3	Nickel-fer	8,1	$15,60 \pm 0,05$	$\pm 0,001$	0,09	de 30 à 700
4	Nickel-fer	8,1	$15,2 \pm 0,1$	$\pm 0,001$	0,7	de 200 à 4 800
5	Nickel-fer ou acier	7,7 à 8,1	$14,0 \pm 0,5$	$\pm 0,001$	7	de 1 500 à 45 000
6	Acier	7,7 à 7,8	11 ± 1	$\pm 0,002$	35	> 7 500

Pour une bille donnée, la constante d'étalonnage K de l'appareillage dépend du diamètre intérieur du tube. Les valeurs indiquées dans le tableau 1 s'appliquent à un tube de $15,94 \text{ mm} \pm 0,01 \text{ mm}$ de diamètre.

Le tube de mesure comporte deux repères circulaires qui définissent une distance de mesurage de $100 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$. Le tube, entouré d'un manchon tubulaire en verre destiné au contrôle de la température, est fixé sur un support de façon que, pendant le mesurage, l'axe du tube forme un angle de $10^\circ \pm 1^\circ$ par rapport à la verticale⁴⁾. Il est possible de faire pivoter le tube de mesure et le manchon autour de leur point de montage sur le support pour replacer la bille à sa position initiale. Les extrémités du tube de mesure sont fermées au moyen de deux bouchons dont l'un comporte un capillaire joint à un espace creux. Ce type de fermeture empêche qu'il ne se produise des variations inacceptables de la pression ainsi qu'une entrée d'air due aux fluctuations de température. Le liquide en essai est complètement enveloppé par le manchon et les bouchons, évitant ainsi toute évaporation ou la formation d'une peau superficielle. Le support est équipé d'un niveau à bulle et d'un socle muni de vis de réglage. Un thermomètre amovible est prévu (voir 6.2).

2) Voir tableau 1.

3) La détermination de la viscosité en utilisant un viscosimètre à chute de bille en tube incliné peut être effectuée au moyen d'un équipement fourni par bon nombre de fabricants. Un exemple d'un tel instrument est le viscosimètre Hoespler tel que décrit dans la norme DIN 53015:1978, *Viscosimétrie; Mesurage de la viscosité à l'aide du viscosimètre à chute de bille Hoespler*.

4) L'utilisation d'appareils ayant une inclinaison autre que 10° ne convient pas pour l'emploi avec la présente partie de l'ISO 12058.

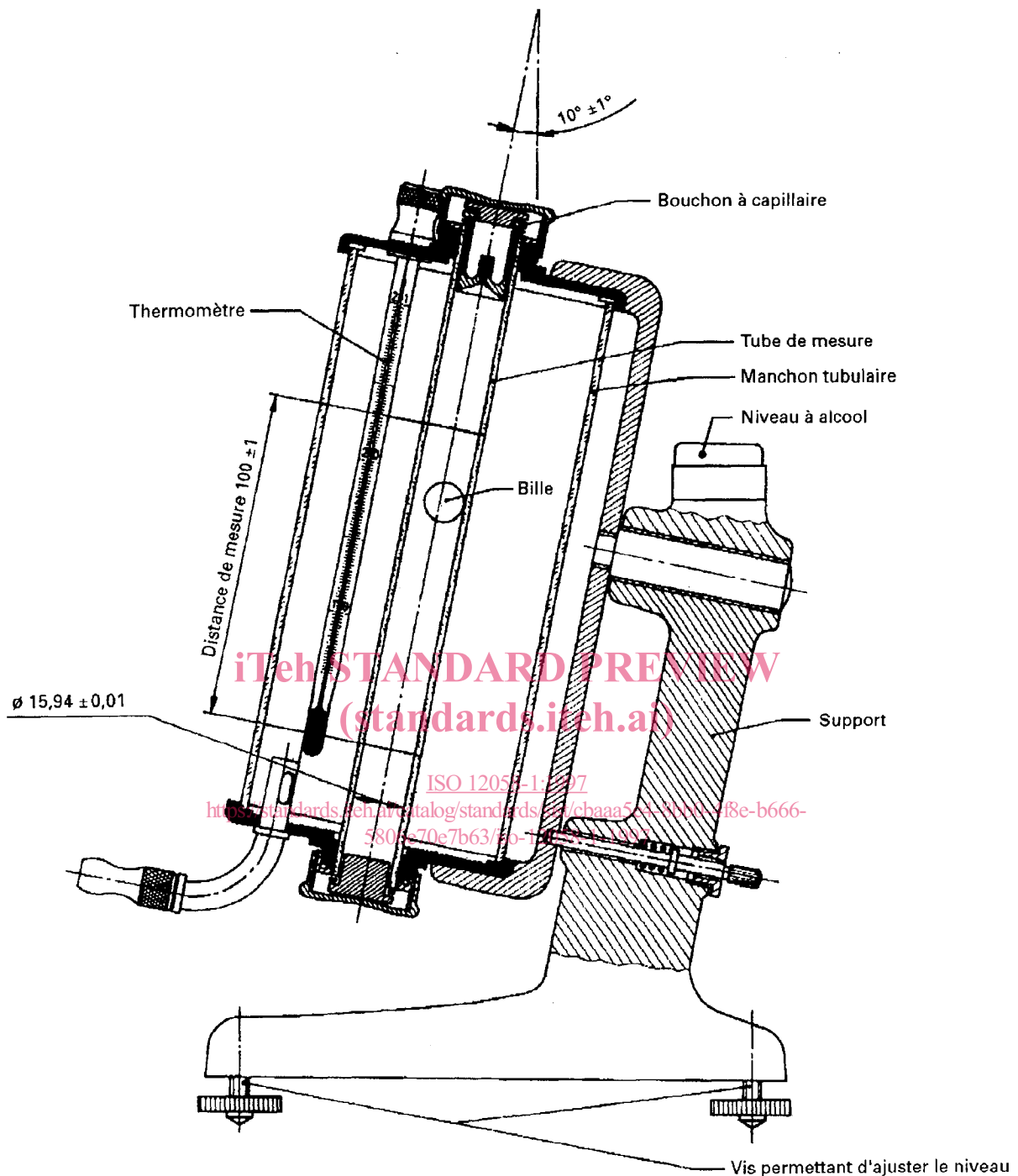


Figure 1 — Viscosimètre à chute de bille type

Chaque viscosimètre doit être accompagné d'un certificat d'essai, délivré par le fabricant ou par une tierce partie, indiquant les constantes de chaque appareil. Réétalonner en cas d'utilisation d'un nouveau tube de mesure ou d'une nouvelle bille, ou lorsqu'un grand nombre d'exigences sont requises du viscosimètre (par exemple: série de mesurages avec liquides agressifs).

6.2 Thermomètre

Le thermomètre spécial utilisé dans l'appareil est placé dans le liquide dans un manchon thermique. Il doit au moins comporter des graduations tous les 0,1 °C. Il doit être étalonné une fois qu'il est complètement immergé dans le liquide de façon à pouvoir mesurer les températures à $\pm 0,03$ °C près, en tenant compte des facteurs de correction indiqués dans le certificat d'étalonnage. Les thermomètres doivent être protégés contre le rayonnement thermique pendant le mesurage.

6.3 Instrument de mesurage du temps

Le temps mis par la bille pour parcourir la distance qui sépare les deux repères circulaires doit être mesuré au moyen de l'un des instruments suivants:

6.3.1 Chronomètre, gradué à intervalles ne dépassant pas 0,1 s. Le chronomètre doit périodiquement être comparé à une horloge de référence caractérisée par une erreur maximale de mesurage de 15 s par 24 h. Il est recommandé d'utiliser des chronomètres étalonnés.

6.3.2 Compteur de temps électronique, dont le principe repose sur le comptage des fréquences ou qui intègrent des horloges synchrones. La fréquence utilisée doit être constante à 10^{-4} près de sa valeur nominale.

6.3.3 Compteur de temps automatique, ayant la même précision que le chronomètre (6.3.1).

6.4 Thermostat

La température à l'intérieur du manchon doit être maintenue constante, au moyen d'un thermostat, constante à au moins $\pm 0,03$ °C dans la plage des températures de 10 °C à 80 °C, et à $\pm 0,05$ °C en dehors de cette plage des températures. Seuls des tubes fluorescents, rayonnant peu de chaleur, doivent être utilisés pour éclairer l'appareillage.

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 12058-1:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbaaa5e4-8bb0-4f8e-b666-5806e70e7b63/iso-12058-1-1997>

7 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément aux spécifications ou à la norme relative(s) au liquide à soumettre à l'essai.

8 Mode opératoire

Vérifier que toutes les parties de l'appareillage entrant en contact avec le liquide en essai sont propres⁵⁾ et sèches.

Verser le liquide en essai dans le tube de mesure et y introduire la bille. Mettre alors en place le bouchon à capillaire sur le haut du tube de mesure et visser à fond. La bille doit être exempte de bulles adhérentes. Maintenir le liquide en essai à la température d'essai prescrite pendant au moins 15 min⁶⁾. Avant chaque série de mesurages, faire rouler une fois la bille sur toute la longueur du tube afin de mélanger intimement le liquide. Mesurer alors le temps mis par la bille pour parcourir la distance qui sépare les deux repères circulaires (voir figure 1).

Répéter le mesurage au moins trois fois.

Si la masse volumique du liquide en essai n'est pas connue, la déterminer conformément à l'ISO 2811.

5) En général, le nettoyage du tube est effectué par rinçage au moyen d'un solvant approprié.

6) En cas de mesurage portant sur des liquides hautement visqueux, ou si la température de mesurage diffère de la température ambiante de plus de 20 °C environ, il se peut qu'il faille beaucoup plus de 15 min pour atteindre l'équilibre.

9 Expression des résultats

Calculer la viscosité dynamique η , exprimée en millipascals secondes, à l'aide de l'équation

$$\eta = K(\rho_1 - \rho_2) t$$

où

K est la constante d'étalonnage de l'instrument (voir tableau 1 et 6.1);

ρ_1 est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de la bille (voir tableau 1);

ρ_2 est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du liquide soumis à l'essai;

t est le temps, en secondes, mis par la bille pour parcourir la distance qui sépare les deux repères.

Prendre comme résultat la moyenne des déterminations effectuées et l'exprimer avec trois chiffres significatifs.

10 Fidélité

Pour évaluer la fiabilité des résultats obtenus, les principes suivants sont utilisés:

Répétabilité (un seul opérateur, appareillage identique, mode opératoire identique)

Si deux résultats sont obtenus dans des conditions de répétabilité, ils peuvent être considérés comme acceptables et conformes à la présente partie de l'ISO 12058 s'ils ne diffèrent pas de leur moyenne d'une valeur supérieure à la limite appropriée donnée dans le tableau 2.

Reproductibilité (différents opérateurs, appareillages différents, mais mode opératoire identique)

Si un résultat est obtenu dans des conditions de reproductibilité dans deux laboratoires différents, ces deux résultats peuvent être considérés comme acceptables et conformes à la présente partie de l'ISO 12058 s'ils ne diffèrent pas de leur moyenne d'une valeur supérieure à la limite appropriée donnée dans le tableau 2.

Tableau 2 — Limites de répétabilité et de reproductibilité

Bille n°	Limite de répétabilité, %	Limite de reproductibilité, %
1	1,0	2
2 à 4	0,5	1
5	0,7	1,5
6	1,5	3

Les valeurs indiquées dans ce tableau ont été établies à la suite d'essais réalisés en Allemagne en utilisant la norme DIN 53015:1978, *Viscosimétrie; Mesurage de la viscosité à l'aide du viscosimètre à chute de bille Hoesppler.*

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- numéro de référence de la présente partie de l'ISO 12058;
- tous renseignements nécessaires à l'identification du matériau soumis à l'essai;
- date de l'échantillonnage;
- température d'essai, en degrés Celsius;
- viscosité dynamique moyenne, en millipascals secondes;
- tout écart par rapport au mode opératoire prescrit;
- toutes caractéristiques inhabituelles notées pendant la détermination;
- date de l'essai;
- nom et signature du responsable de la détermination.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12058-1:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbaaa5e4-8bb0-4f8e-b666-5806e70e7b63/iso-12058-1-1997>

ICS 83.080.01

Descripteurs: plastique, polymère, résine, viscosité, essai, détermination, indice de viscosité, mesurage de viscosité.

Prix basé sur 5 pages
