
Norme internationale



2431

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

**Peintures et vernis — Détermination du temps
d'écoulement au moyen de coupes d'écoulement**

Paints and varnishes — Determination of flow time by use of flow cups

Troisième édition — 1984-08-15

CDU 667.61 : 532.522

Réf. n° : ISO 2431-1984 (F)

Descripteurs : peinture, vernis, essai, détermination, temps d'écoulement, viscosité, matériel d'essai, orifice.

Prix basé sur 9 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 2431 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Cette troisième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO conformément au paragraphe 6.11.2 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la deuxième édition (ISO 2431-1980), qui avait été approuvée par les comités membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Roumanie
Allemagne, R.F.	Iran	Royaume-Uni
Australie	Israël	Suède
Autriche	Italie	Suisse
Brésil	Kenya	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Norvège	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

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

France
Nouvelle-Zélande
Pologne

Peintures et vernis — Détermination du temps d'écoulement au moyen de coupes d'écoulement

0 Introduction

La première édition de la présente Norme internationale, publiée en 1972, spécifiait une seule coupe d'écoulement ayant un diamètre d'orifice de 4 mm. La deuxième édition spécifiait trois coupes d'écoulement ayant des diamètres respectifs d'orifice de 3 mm, 4 mm et 6 mm. Cette troisième édition corrige quelques erreurs dans les figures 2 et 4 et dans les équations pour ces figures. Cette édition comprend aussi les corrections données dans l'Erratum 1, publié par l'ISO en 1981. Elle fait partie d'une série de normes traitant de l'échantillonnage et des essais des peintures, vernis et produits assimilés.

Comme on le sait, de nombreux pays ont mis au point, au cours des ans, leurs propres coupes d'écoulement normalisées, et la difficulté d'établir une corrélation entre celles-ci a abouti à une confusion considérable dans la comparaison des valeurs. La normalisation, d'un modèle perfectionné de coupe d'écoulement a été préconisée, après un examen attentif, par un groupe d'étude expérimenté, du rôle des coupes d'écoulement dans la mesure du temps d'écoulement des peintures, vernis et produits assimilés.

Il est reconnu que ces temps d'écoulement ne sont reproductibles que dans le cas des produits ayant les propriétés de fluides newtoniens ou presque newtoniens. Cela limite effectivement leur utilisation pratique. Néanmoins, pour des besoins de vérification, ces coupes d'écoulement peuvent servir dans de nombreux cas. Ainsi, la mesure du temps d'écoulement est souvent utilisée pour vérifier la consistance d'application.

Les peintures contiennent souvent des agents augmentant la viscosité de manière à limiter leur écoulement. De telles peintures présentent des propriétés anormales d'écoulement qui ne peuvent être correctement déterminées qu'au moyen de viscosimètres fonctionnant à des gradients de vitesse (de cisaillement) élevés, comme ceux décrits dans l'ISO 2884.

Les résines et vernis peuvent cependant présenter un écoulement newtonien ou presque newtonien à des viscosités beaucoup plus élevées et, dans ce cas, les coupes d'écoulement peuvent fournir un moyen utile de contrôle de la consistance à la fabrication et également à la livraison. Pour répondre à ce besoin, la présente Norme internationale spécifie des coupes d'écoulement valables jusqu'à des viscosités d'environ 700 mm²/s.

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale décrit une méthode de détermination du temps d'écoulement des peintures, vernis et produits associés qui peut être utilisée pour contrôler la consistance. Une méthode destinée à ajuster, à la température d'application, la consistance à une valeur correcte est décrite en annexe.

1.2 Trois coupes d'écoulement, de dimensions semblables, mais ayant des diamètres d'orifice de 3, 4 et 6 mm, sont spécifiées. La méthode pour leur étalonnage est donnée.

1.3 La méthode est limitée aux produits dont la rupture d'écoulement de l'orifice de la coupe peut être déterminée avec certitude. Il est difficile de déterminer et de reproduire ce point de rupture dans le cas des matériaux présentant un temps d'écoulement supérieur à 100 s, en raison d'effets de ralentissement.

2 Références

ISO 468, *Rugosité de surface — Paramètres, leurs valeurs et les règles générales de la détermination des spécifications.*

ISO 1512, *Peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais.*

ISO 2884, *Peintures et vernis — Détermination de la viscosité des peintures à gradient de vitesse élevé.*

3 Définitions

3.1 temps d'écoulement : Temps qui s'écoule entre le moment où le produit essayé commence à couler de l'orifice de la coupe remplie, et le moment où l'écoulement du produit cesse d'être continu au voisinage de l'orifice.

3.2 écoulement newtonien : Type d'écoulement obtenu pour un matériau dans lequel le rapport de la contrainte de cisaillement au gradient de vitesse est indépendant du temps ou du gradient de vitesse. Lorsque les variations de ce rapport sont faibles, l'effet sur la viscosité d'un brassage mécanique, tel que l'agitation, est négligeable et le fluide est considéré comme ayant un écoulement presque newtonien.

3.3 écoulement anormal : Type d'écoulement obtenu avec un matériau dans lequel, à température constante, le rapport de la contrainte de cisaillement en gradient de vitesse varie soit avec le temps, soit avec le gradient de vitesse. Par exemple, avec des fluides dits thixotropes, l'agitation, ou toute autre perturbation mécanique analogue, pratiquée immédiatement avant l'essai, réduira le temps d'écoulement par rapport à un échantillon non agité. Avec de tels fluides, des valeurs du temps d'écoulement incertaines et variables sont obtenues avec toutes les coupes d'écoulement.

3.4 viscosité dynamique : Rapport de la contrainte tangentielle au gradient de vitesse.

NOTE — Dans le système SI, l'unité de viscosité dynamique est le pascal seconde (Pa·s). L'unité traditionnelle est le centipoise (cP); 1 cP = 1 mPa·s.

3.5 viscosité cinématique : Rapport de la viscosité dynamique à la masse volumique du liquide.

NOTE — Dans le système SI, l'unité de viscosité cinématique est le mètre carré par seconde (m²/s). L'unité traditionnelle est le centistokes (cSt); 1 cSt = 1 mm²/s.

4 Considérations sur la température

L'influence de la température sur le temps d'écoulement est hautement significative et dépend du type de produit.

Pour des questions d'arbitrage international, il est essentiel de normaliser une température d'essai et la présente Norme internationale spécifie $23 \pm 0,5$ °C. Il peut cependant se révéler plus pratique d'effectuer des essais comparatifs à une autre température agréée (par exemple 25 °C) par suite des conditions de température existantes.

Pour le contrôle par le temps d'écoulement, la pratique normale est de conditionner l'échantillon à une température agréée et de s'assurer que la variation de température n'excède pas 0,5 °C pendant l'essai.

5 Appareillage

5.1 Coupes d'écoulement

5.1.1 Dimensions

Les dimensions des coupes d'écoulement ISO et les tolérances admises en fabrication sont indiquées à la figure 1. La tolérance

la plus sévère est celle du diamètre intérieur de l'ajutage de la coupe, du fait que le temps d'écoulement est inversement proportionnel à la quatrième puissance de cette dimension. L'ajutage de la coupe doit être fabriqué en acier inoxydable ou en carbure fritté à défaut d'autre spécification, et le corps de la coupe doit être fabriqué en un matériau résistant à la corrosion et non susceptible d'être altéré par les produits à essayer.

5.1.2 Fabrication

Les dimensions non spécifiées, comme l'épaisseur de paroi, doivent être telles qu'aucune déformation de la coupe ne puisse se produire pendant l'usage. La forme extérieure indiquée par la figure 1 est préconisée, mais peut être modifiée pour la commodité d'emploi ou de fabrication, à condition que l'ajutage saillant de la coupe soit, autant que possible, protégé des avaries accidentelles par un manchon protecteur externe. Un tel manchon protecteur ne doit pas être immédiatement adjacent à l'ajutage, afin de prévenir une action capillaire lors de l'écoulement du produit essayé.

5.1.3 Finition

Les surfaces intérieures de la coupe, y compris l'orifice, doivent être lisses et exemptes de marques de tournage, fentes, saillies et bavures, susceptibles de causer un écoulement irrégulier ou de retenir un peu d'échantillon ou de produit de nettoyage. Le degré de fini exigé équivaut à un maximum de rugosité¹⁾ de 0,5 µm.

5.1.4 Étalonnage

Des coupes de dimensions similaires donneront des temps d'écoulement similaires avec des liquides newtoniens, à condition que la température d'essai soit la même. L'emploi de tels liquides, pour étalonner des coupes, fournit un moyen utile pour vérifier, dès l'origine, que des coupes de dimensions similaires sont dans les limites de tolérances de performance admises, et, également, pour vérifier de temps à autre si l'usure ou les dommages n'ont pas pris une importance susceptible de faire sortir la coupe des limites de tolérances admises.

Pour l'étalonnage de toute coupe particulière, utiliser une huile normalisée²⁾ de viscosité cinématique connue, et tracer la courbe de la viscosité cinématique en fonction de la température à partir des données indiquées par le fournisseur de l'huile.

Utiliser le mode opératoire approprié décrit dans le chapitre 7 pour déterminer le temps d'écoulement de l'huile à une température connue, comprise entre 20 et 30 °C, et mesurée à 0,1 °C près. Noter ce temps d'écoulement, qui doit être compris entre 30 et 100 s, de préférence au milieu de cet intervalle, avec une précision de 0,2 s.

Relever la viscosité cinématique à la température d'essai à partir de la courbe préparée.

En utilisant la courbe d'étalonnage appropriée de la figure 2, 3 ou 4, relever le temps d'écoulement correspondant à la viscosité cinématique.

1) Au sens de l'ISO 468, défini comme étant l'écart moyen arithmétique R_a de la ligne moyenne du profil.

2) Des informations sur les fournisseurs d'huiles appropriées peuvent être obtenues auprès des organismes nationaux de normalisation.

Si les deux valeurs de temps d'écoulement obtenues ne diffèrent pas de plus de 3 %, la coupe peut être jugée apte à l'emploi.

Pour des questions d'arbitrage, on peut appliquer un facteur de correction correspondant à l'écart entre le temps d'écoulement et celui obtenu avec l'huile d'étalonnage.

5.1.5 Marquage

Chaque coupe d'écoulement doit comporter les inscriptions suivantes, marquées de façon lisible et indélébile :

- a) désignation de la coupe : ISO 2431 n° 3, 4 ou 6;
- b) numéro d'identification du fabricant;
- c) nom du fabricant ou marque de fabrique.

5.1.6 Entretien et vérification des coupes d'écoulement

Nettoyer la coupe immédiatement après l'emploi et avant que l'échantillon ne commence à sécher, en utilisant un solvant approprié. Ne jamais employer d'ustensiles de nettoyage métalliques ou en fil de fer. Si l'orifice est souillé par des dépôts secs, ramollir ceux-ci à l'aide d'un solvant approprié et nettoyer soigneusement, par exemple, avec un chiffon doux tiré à travers l'orifice.

Vérifier périodiquement les coupes quant à l'usure ou aux avaries, selon la méthode d'étalonnage décrite en 5.1.4.

5.2 Appareillage auxiliaire

5.2.1 Thermomètre, précis à 0,2 °C et gradué en intervalles de 0,1 °C.

5.2.2 Support approprié, pour soutenir la coupe d'écoulement, muni de vis de mise à niveau.

5.2.3 Niveau à bulle, de préférence de type circulaire.

5.2.4 Plaque en verre, plane, ou règle à raser.

5.2.5 Chronomètre, ou tout autre dispositif de chronométrage convenable, muni de divisions de 0,5 s ou plus fines, et d'une précision supérieure ou égale à 0,2 % sur une durée d'essai de 60 min.

5.2.6 Local à température contrôlée, ou enceinte, pour maintenir la coupe et l'échantillon à une température constante. (Voir chapitre 4.)

6 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer selon l'ISO 1512. Examiner et préparer l'échantillon pour l'essai selon l'ISO 1513. Avant l'essai, il est conseillé, et nécessaire dans les cas d'arbitrage, de faire passer l'échantillon à travers un tamis approprié et de le recueillir dans un récipient propre et sec.

150 ml d'échantillon tamisé sont suffisants pour effectuer un essai. Prendre bien soin de mélanger parfaitement l'échantillon, tout en évitant, autant que possible, des pertes de solvant par évaporation.

7 Mode opératoire

7.1 Vérification préliminaire

NOTE — Cette vérification est effectuée pour démontrer l'aptitude du produit à subir l'essai (c'est-à-dire que son comportement est newtonien ou presque newtonien).

7.1.1 Choisir une coupe d'écoulement permettant une durée d'écoulement comprise entre 30 et 100 s.

7.1.2 Déterminer le temps d'écoulement selon le mode opératoire spécifié en 7.2, en s'assurant de bien homogénéiser le produit avant de l'introduire dans la coupe. Retirer le doigt dans les 5 s qui suivent le remplissage de la coupe.

7.1.3 Répéter le mesurage en laissant le produit reposer dans la coupe durant 60 s avant de retirer le doigt.

7.1.4 Si le second résultat diffère du premier de plus de 10 %, le produit doit être considéré comme étant non newtonien, donc impropre au contrôle de la consistance par la mesure du temps d'écoulement.

7.2 Détermination du temps d'écoulement

7.2.1 Choix de la coupe d'écoulement

Choisir une coupe donnant pour le produit essayé un temps d'écoulement compris entre 20 et 100 s, mais de préférence entre 30 et 100 s.

7.2.2 Réglage de la température

Régler la température de l'échantillon tamisé et de la coupe d'écoulement à $23 \pm 0,5$ °C, ou à toute autre valeur convenue (voir chapitre 4). Si l'on opère dans un local à température contrôlée (5.2.6), comme il est recommandé, il est judicieux de conditionner la coupe et l'échantillon avant le tamisage en les plaçant dans le local avant l'emploi. L'échantillon doit être considéré comme prêt à subir l'essai dès que toutes les bulles d'air entraînées pendant la préparation et le tamisage se sont dissipées. Vérifier une dernière fois, immédiatement avant de remplir la coupe, que la température de l'échantillon est, à 0,5 °C près, la température d'essai convenue.

7.2.3 Préparation de la coupe d'écoulement

Placer la coupe d'écoulement sur le support prévu (5.2.2), à un endroit abrité des courants d'air et, en se servant du niveau à bulle (5.2.3) et en réglant les vis de mise à niveau du support, s'assurer que le bord supérieur de la coupe d'écoulement est dans un plan horizontal.

7.2.4 Remplissage de la coupe d'écoulement

En bouchant l'orifice avec le doigt, remplir la coupe avec l'échantillon fraîchement tamisé, exempt de bulles, en versant lentement pour éviter la formation de bulles d'air. S'il se forme des bulles, les laisser monter à la surface et les éliminer. Si la coupe a été parfaitement mise de niveau, l'échantillon débordera de façon uniforme dans la galerie. Éliminer tout ménisque formé en tirant une règle à araser (5.2.4) sur le pourtour de la coupe, ou en faisant glisser sur le bord une plaque en verre plane à arêtes arrondies, de manière qu'il ne se forme pas de bulles d'air entre le verre et la surface de l'échantillon. Tirer ensuite horizontalement sur le bord de la coupe, de manière que, lorsque la plaque est enlevée, le niveau de l'échantillon affleure le bord supérieur de la coupe.

7.2.5 Mesure du temps d'écoulement

Placer un récipient convenable sous la coupe d'écoulement, pour que la distance entre l'orifice de la coupe d'écoulement et la surface d'échantillon recueilli ne soit jamais inférieure à 100 mm. Retirer le doigt de l'orifice et enclencher simultanément le chronomètre (5.2.5); arrêter celui-ci dès que la première rupture se produit dans l'écoulement de l'échantillon, à proximité de l'orifice. Noter le temps d'écoulement à 0,5 s près.

Si l'essai n'est pas effectué dans un local à température contrôlée, placer le thermomètre (5.2.1) dans l'écoulement de l'échantillon sans provoquer d'interférence avec l'observation de la rupture d'écoulement.

Cela peut se faire commodément, en tenant le thermomètre dans un dispositif de serrage approprié, le réservoir étant placé de manière à former un angle avec la direction de l'écoulement et étant complètement immergé dans celui-ci et pas à moins de 100 mm de l'orifice. Il convient d'employer le thermomètre qui a d'abord servi au réglage de la température de l'échantillon. Toute différence de température par rapport à la température initialement réglée ne doit pas dépasser 0,5 °C.

7.2.6 Répétition des déterminations

Effectuer une seconde détermination en utilisant une autre partie de l'échantillon préparé à l'origine et vérifier soigneusement que la température d'essai est dans les limites prescrites. Noter, dans chaque cas, le temps d'écoulement à 0,5 s près. Calculer la moyenne de deux déterminations.

Si les deux déterminations diffèrent de plus de 5 % de leur valeur moyenne, effectuer une troisième détermination. Si la troisième détermination et l'une des deux déterminations précédentes ne diffèrent pas de plus de 5 % de leur valeur moyenne, éliminer l'autre résultat précédent. Calculer le résultat en effectuant la moyenne des deux déterminations retenues.

Si la troisième détermination ne remplit pas cette condition, la méthode d'essai ne convient probablement pas, en raison d'un comportement d'écoulement anormal, et d'autres méthodes d'essai doivent être considérées.

8 Fidélité

8.1 Répétabilité (*r*)

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe l'écart entre deux résultats (chacun étant la moyenne de deux déterminations retenues) obtenus sur un même produit, par un même opérateur dans un même laboratoire, en employant le même appareillage dans un court intervalle de temps et en appliquant la méthode d'essai normalisée, est 5 %.

8.2 Reproductibilité (*R*)

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe l'écart entre deux résultats (chacun étant la moyenne de deux déterminations retenues) obtenus sur un produit identique, par des opérateurs différents dans des laboratoires différents, en appliquant la méthode d'essai normalisée, est 10 %.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit mentionner au moins les informations suivantes :

- a) le type et l'identification du produit essayé;
- b) la référence à la présente Norme internationale (ISO 2431), et la désignation (n° 3, 4 ou 6) de la coupe utilisée;
- c) le numéro d'identification du fabricant de la coupe d'écoulement utilisée;
- d) la température de l'essai;
- e) le temps d'écoulement (pour des questions d'arbitrage, indiquer également les valeurs individuelles);
- f) tout écart, par accord ou autrement, au mode opératoire spécifié;
- g) la date de l'essai.

Annexe

Utilisation des coupes d'écoulement pour l'ajustement de la consistance correcte de la peinture

A.1 Introduction

Dans certaines circonstances, il peut être nécessaire d'ajuster la consistance de la peinture pour obtenir le temps d'écoulement requis à la température d'application.

Puisque la consistance des peintures varie avec la température, il est utile que les fabricants de peinture fournissent un tableau indiquant la relation entre la température et la quantité de diluant à ajouter pour obtenir la consistance désirée.

A.2 Utilisation des coupes d'écoulement pour déterminer la quantité de diluant requise pour amener une peinture à un temps d'écoulement spécifié

A.2.1 La consistance d'application des peintures est facilement ajustée grâce à l'addition de diluant permettant d'obtenir le temps d'écoulement correspondant à la température d'application. Lorsqu'on sait que les conditions d'application doivent varier dans un certain domaine de température, par exemple suivant les variations saisonnières ou la situation géographique du lieu de travail, les rapports en volume du diluant à la peinture peuvent être prédéterminés et exprimés soit graphiquement, soit sous forme tabulaire à l'usage de l'applicateur. Cependant, le temps réel d'écoulement doit être vérifié et ajusté, si nécessaire, juste avant l'application.

A.2.2 En diluant la peinture à la consistance spécifiée, l'utilisateur devrait avoir

- a) soit un graphique ou un tableau indiquant la fraction volumique de diluant requise pour donner un temps d'écoulement déterminé, suivant les variations de température au lieu de travail,

- b) soit des indications fournies par le vendeur indiquant le temps d'écoulement nécessaire à l'application et le taux approximatif de dilution.

A.2.3 La coupe d'écoulement spécifiée doit donner, pour le produit essayé, un temps d'écoulement supérieur à 20 s, de façon à avoir une précision suffisante.

A.2.4 Diluer un échantillon représentatif de la peinture avec la quantité appropriée de diluant et bien homogénéiser.

A.2.5 Placer la coupe d'écoulement propre sur le support prévu et s'assurer que le bord de la coupe d'écoulement est dans un plan horizontal.

A.2.6 En bouchant l'orifice avec le doigt, remplir la coupe avec la peinture diluée jusqu'à ce que le produit déborde de façon uniforme dans la galerie (si la coupe est horizontale, le produit doit même déborder sur le pourtour).

A.2.7 Retirer le doigt de l'orifice et enclencher simultanément le chronomètre; arrêter celui-ci dès que la première rupture se produit dans l'écoulement de l'échantillon, à proximité de l'orifice. Noter le temps à 1 s près.

Ajouter plus de diluant si le temps d'écoulement est trop long ou plus de peinture si le temps d'écoulement est trop court. Après chaque addition, bien homogénéiser la peinture diluée et déterminer le temps d'écoulement à nouveau jusqu'à l'obtention de la valeur requise.

A.3 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit mentionner le rapport spécifié du diluant à la peinture et, au besoin, les points a), b), c), f) et g) du chapitre 9, ainsi que la température d'essai, à 0,5 °C près, et le temps d'écoulement, noté à la seconde près.

Dimensions en millimètres

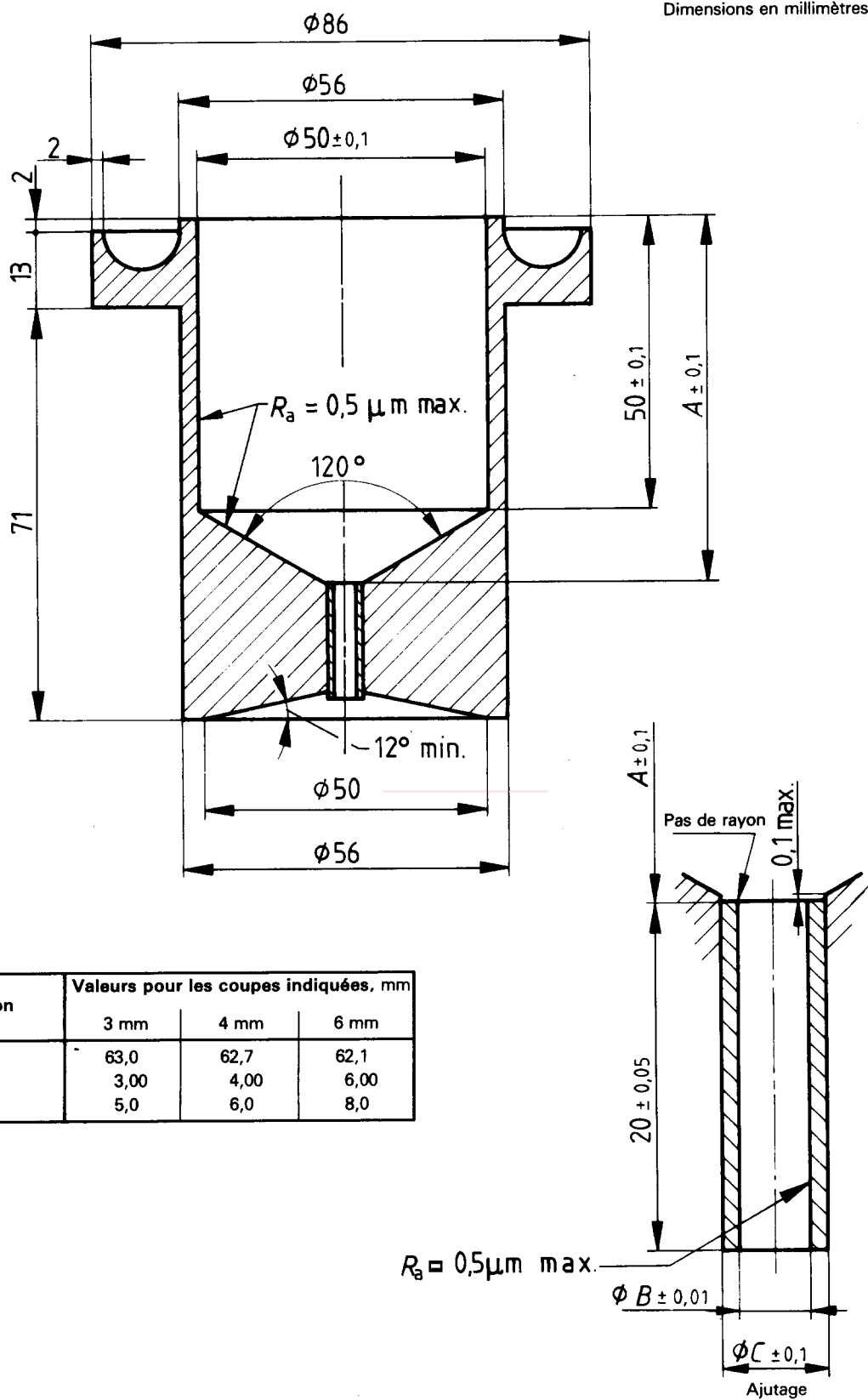


Figure 1 — Coupe ISO 2431

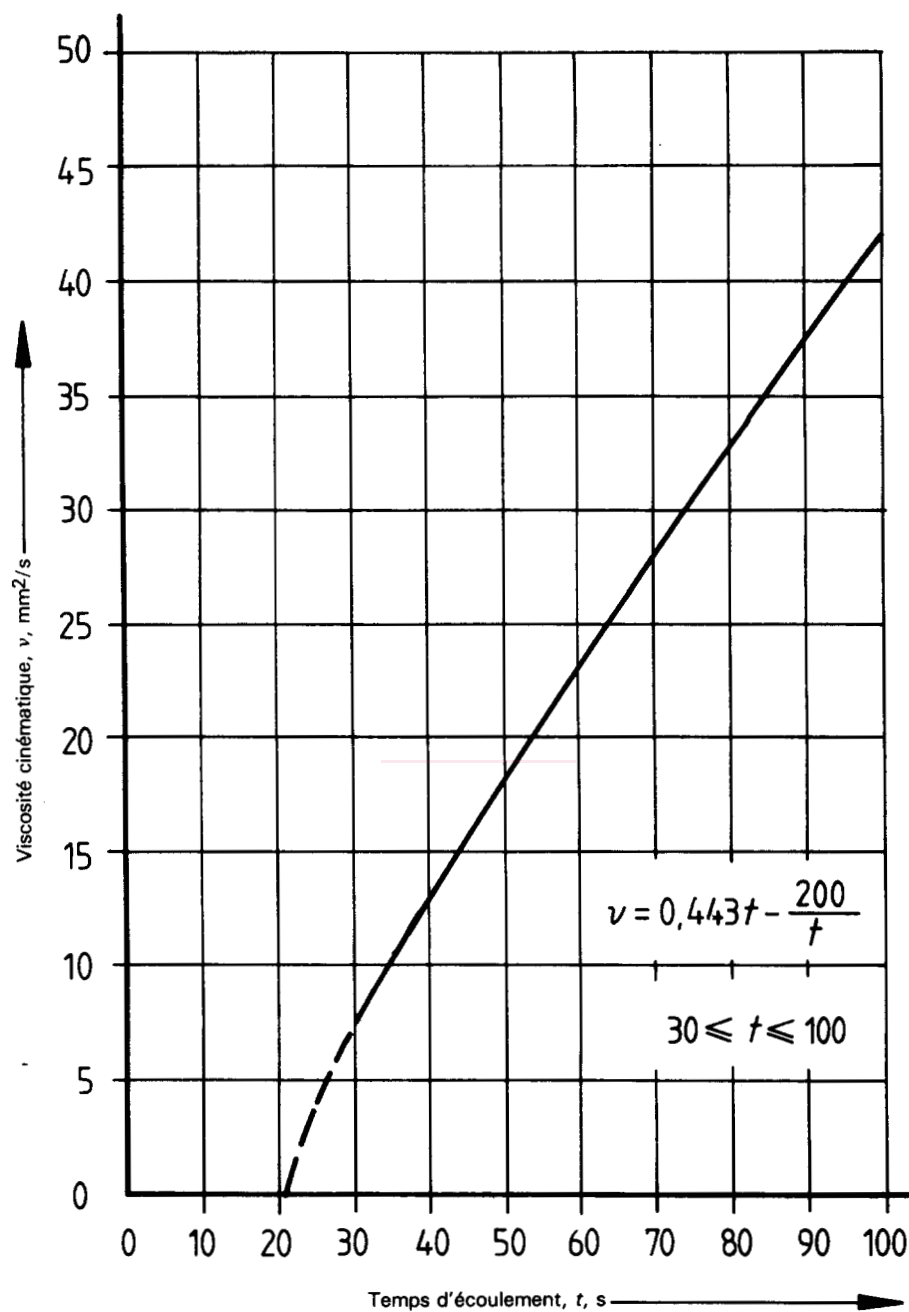


Figure 2 — Courbe d'étalonnage pour coupe de 3 mm

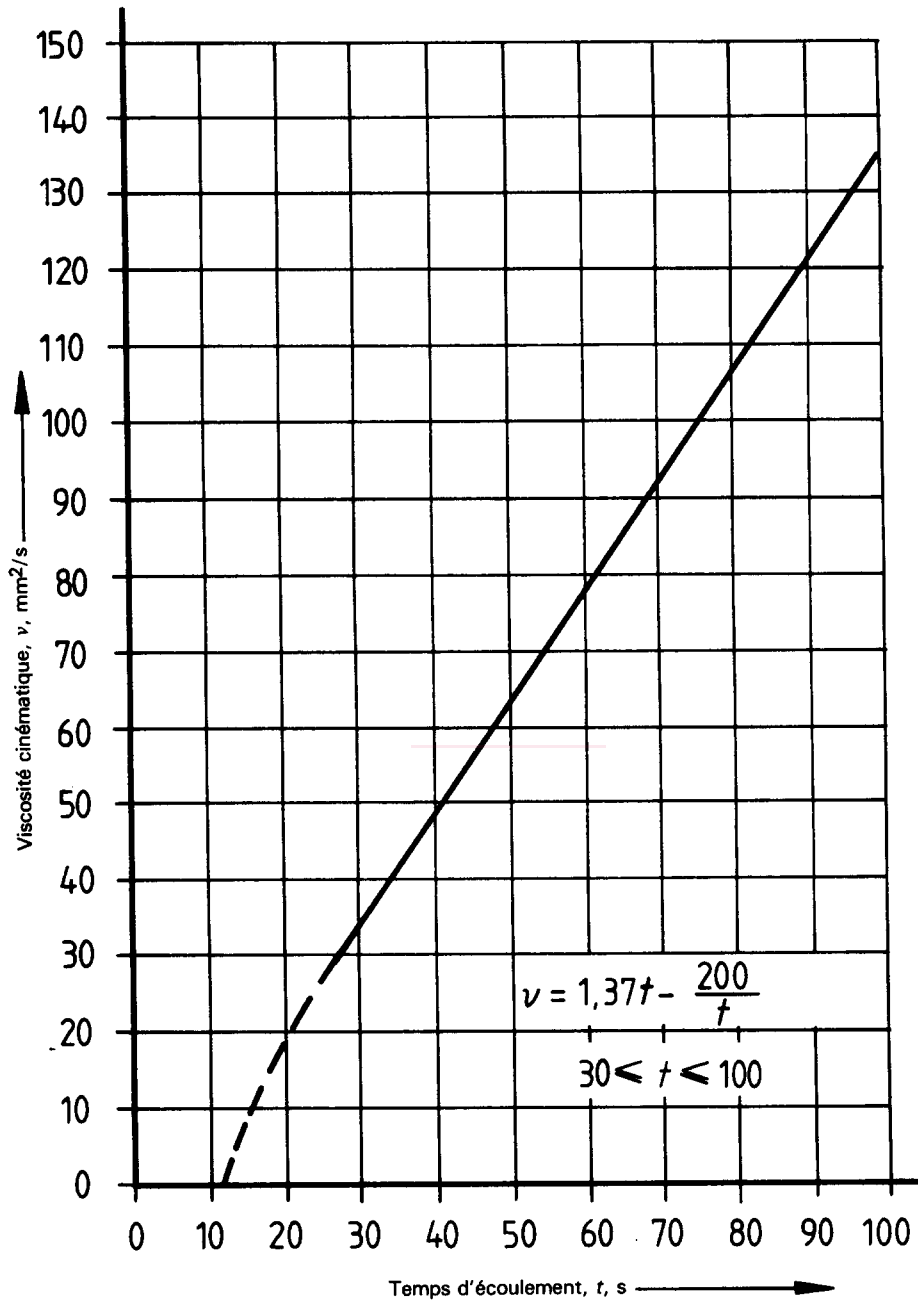


Figure 3 — Courbe d'étalonnage pour coupe de 4 mm