NORME INTERNATIONALE

ISO 12058-1

Deuxième édition
2018-07

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

Partie 1: Méthode du tube incliné

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3d1ac16-eeda-4d4d-8ef6-6d16e3558c78/iso-12058-1-2018

Numéro de référence
ISO 12058-1:2018(F)

© ISO 2018

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3d1ac16-eeda-4d4d-8ef6-6d16e3558c78/iso-12058-1-2018

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **1**
5 Paramètre mesuré et unités **1**
6 Plage de mesurage et plage de température **2**
7 Appareillage **2**
7.1 Viscosimètre à chute de bille 2
7.2 Thermomètre 4
7.3 Instrument de mesurage du temps 4
7.4 Thermostat 4
8 Échantillonnage **4**
9 Mode opératoire **4**
10 Expression des résultats **5**
11 Fidélité **5**
12 Rapport d'essai **6**
Bibliographie **7**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3d1ac16-eeda-4d4d-8ef6-6d16e3558c78/iso-12058-1-2018

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13d1ac16-eeda-4d4d-8ef6-6d16e3558c78/iso-12058-1-2018

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 12058-1:1997), dont elle constitue une révision mineure destinée à mettre à jour les références normatives, à modifier les unités des plages de températures en Kelvin et à convertir les notes de bas de page en Notes.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 12058 est disponible sur le site web de l'ISO.

 © ISO 2018 – Tous droits réservés

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

Partie 1:
Méthode du tube incliné

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les principes généraux d'une méthode utilisant un viscosimètre à chute de bille dans un tube incliné pour la détermination de la viscosité des polymères et des résines à l'état liquide en émulsion ou en dispersion. Il est applicable, dans une plage de mesurage de la viscosité de 0,6 mPa·s à 250 000 mPa·s (plage de température 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 billes différentes ou des viscosimètres de géométries différentes, tels que les viscosimètres capillaires et rotatifs.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3d1ac1f-eeda-4d4d-8ef6-6d16e3558c78/iso-12058-1-2018

ISO 2811-1, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 1: Méthode pycnométrique*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— IEC Electropedia: available at http://www.electropedia.org/

— ISO Online browsing platform: available at https://www.iso.org/obp

4 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.

5 Paramètre mesuré et unités

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

© ISO 2018 – Tous droits réservés

6 Plage de mesurage et plage de température

Plage de mesurage de la viscosité: de 0,6 mPa·s à 250 000 mPa·s

Durée de chute minimale de la bille: 60 s pour la bille n° 1

50 s pour les billes n° 2 à n° 4

30 s pour les billes n° 5 et n° 6

Plage de température: de −20 °C à +120 °C

7 Appareillage

7.1 Viscosimètre à chute de bille

Voir la Figure 1.

L'appareillage se compose, d'une part, d'un tube de mesure incliné (tube à chute de bille) rempli 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 $(3{,}3 \times 10^{-6})\ K^{-1}$, et, d'autre part, de six billes de 15,81 mm à 11,0 mm de diamètre (voir le Tableau 1), les billes n° 1 à n° 4 ayant le même coefficient de dilatation que le tube lui-même. Le tube de mesure et les billes doivent être exempts de défauts afin de réduire les erreurs au minimum.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE 1 La détermination de la viscosité en utilisant un viscosimètre à chute de bille dans un tube incliné peut être effectuée au moyen d'équipement fourni par bon nombre de fabricants. Un exemple d'un tel instrument est le viscosimètre Hoeppler tel que décrit dans la norme DIN 53015:1978[1].

ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1d1b0d0d-d1b1-4b0d-b1d1-b0d1d1b0d0d/iso-12058-1-2018

Tableau 1 — Billes destinées à être utilisées dans un viscosimètre à chute de bille avec un tube de mesure ayant un diamètre intérieur de 15,94 mm ± 0,01 mm

Bille n°	Matériau	Masse volumique, ρ_1 (type) g/cm³	Diamètre mm	Ovalisation mm	Constante K (type) mPa·s·cm³/(g s)	Plage de mesurage de la viscosité dynamique (type) mPa·s
1	Verre borosilicaté	2,4	15,81 ± 0,01	±0,000 5	0,007	0,6 à 10
2	Verre borosilicaté	2,4	15,60 ± 0,05	±0,000 5	0,09	7 à 130
3	Nickel-fer	8,1	15,60 ± 0,05	±0,001	0,09	30 à 700
4	Nickel-fer	8,1	15,2 ± 0,1	±0,001	0,7	200 à 4 800
5	Nickel-fer ou acier	7,7 à 8,1	14,0 ± 0,5	±0,001	7	1 500 à 45 000
6	Acier	7,7 à 7,8	11 ± 1	±0,002	35	> 7 500

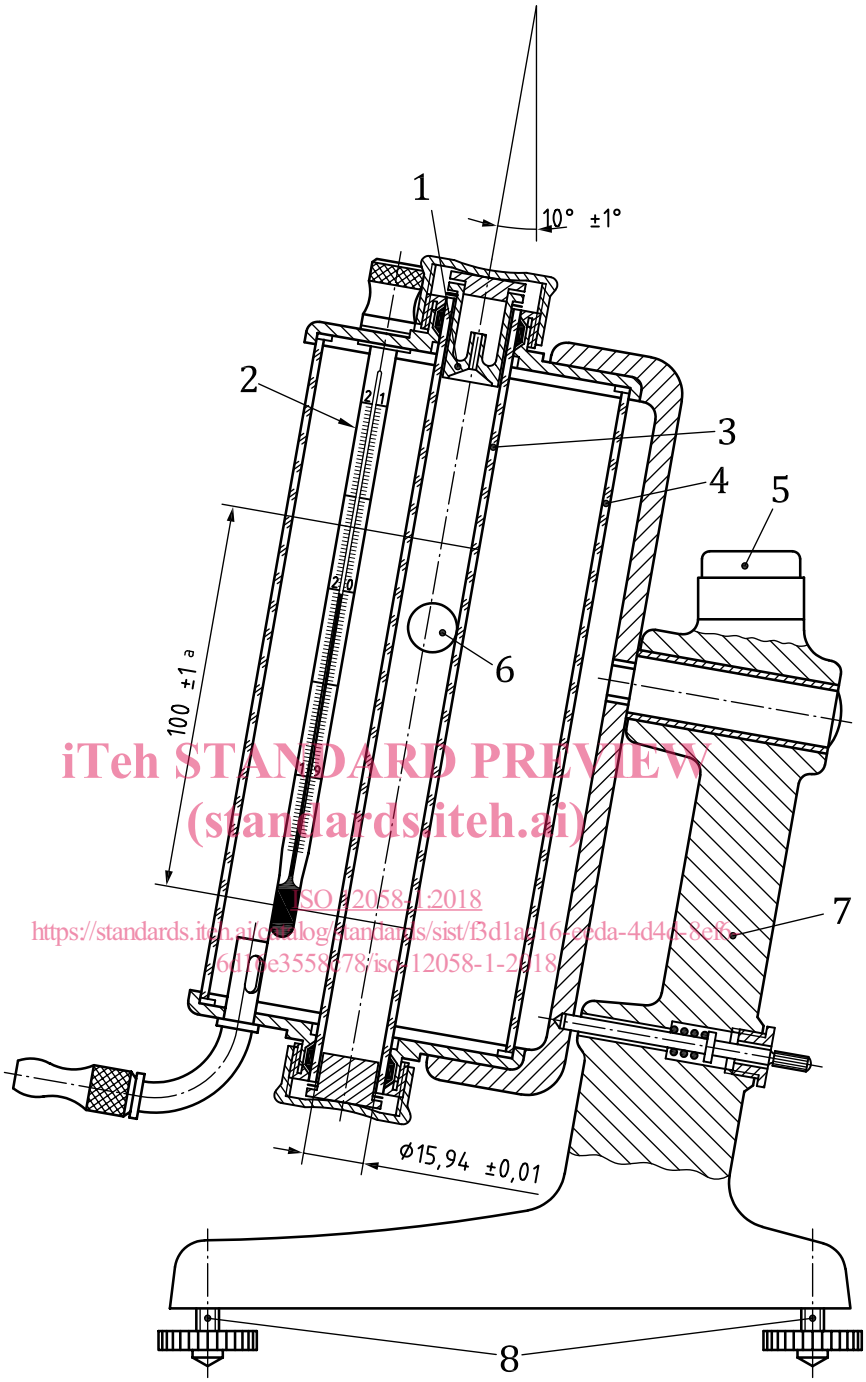
Pour une bille donnée, la constante d'étalonnage K de l'appareillage dépend du diamètre intérieur du tube. Les valeurs indiquées dans le Tableau 1 s'appliquent à un tube de 15,94 mm ± 0,01 mm de diamètre.

Le tube de mesure comporte deux repères circulaires qui définissent une distance de mesure de 100 mm ± 1 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° ± 1° par rapport à la verticale.

NOTE 2 L'utilisation d'appareils ayant une inclinaison autre que 10° ne convient pas pour l'emploi avec le présent document.

 © ISO 2018 – Tous droits réservés

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3d1ae16-eeda-4d4d-8ef6-6d1be3558678/iso-12058-1-2018

Légende

1 bouchon à capillaire
2 thermomètre
3 tube de mesure
4 manchon tubulaire
5 niveau à bulle
6 bille
7 support
8 vis permettant d'ajuster le niveau
a Distance de mesure.

Figure 1 — Viscosimètre à chute de bille type

Il est possible de faire pivoter le tube de mesure et le manchon en verre 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

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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 soumis à l'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 7.2).

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. Le viscosimètre doit être ré-étalonné en cas d'utilisation d'un nouveau tube de mesure ou d'une nouvelle bille, ou lorsqu'un grand nombre d'exigences sont requises pour le viscosimètre (par exemple: série de mesurages avec liquides agressifs).

7.2 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 et doit pouvoir mesurer les températures à ± 0,03 K près. Les facteurs de correction indiqués dans le certificat d'étalonnage du thermomètre doivent être appliqués. Les thermomètres doivent être protégés contre le rayonnement thermique pendant le mesurage.

7.3 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.3.1 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.

ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2d1ac16-eeda-4d4d-8e48-6d16e3558c78/iso-12058-1-2018

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

7.3.3 Compteur de temps automatique, ayant la même précision que le chronomètre (7.3.1).

7.4 Thermostat

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

8 Échantillonnage

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

9 Mode opératoire

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

NOTE 1 En général, le nettoyage du tube est effectué par rinçage au moyen d'un solvant approprié.

Verser le liquide soumis à l'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

 © ISO 2018 – Tous droits réservés

bulles adhérentes. Maintenir le liquide soumis à l'essai à la température d'essai spécifiée pendant au moins 15 min.

NOTE 2 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.

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 la Figure 1).

Répéter le mesurage au moins trois fois.

Si la masse volumique du liquide soumis à l'essai n'est pas connue, la déterminer conformément à l'ISO 2811-1.

10 Expression des résultats

Calculer la viscosité dynamique, η, exprimée en millipascals secondes, à l'aide de la formule suivante:

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

où

K est la constante d'étalonnage de l'instrument (voir le Tableau 1 et 7.1);

ρ_1 est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de la bille (voir le 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 12058-1:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3d1ac16-eedc-4d4d-8ef6-6d16e3558c78/iso-12058-1-2018

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

11 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 au présent document 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 au présent document s'ils ne diffèrent pas de leur moyenne d'une valeur supérieure à la limite appropriée donnée dans le Tableau 2.

© ISO 2018 – Tous droits réservés