

NORME INTERNATIONALE 3219

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

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

Plastics — Polymers in the liquid, emulsified or dispersed state — Determination of viscosity with a rotational viscometer working at defined shear rate

ITeH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1977-12-15

ISO 3219:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b701e49d-3a34-42cb-adc4-b6c5c136f926/iso-3219-1977>

CDU 678.6/.7 : 532.13

Réf. no : ISO 3219-1977 (F)

Descripteurs : matière plastique, polymère, liquide, essai physique, mesurage, viscosité, viscosimètre.

Prix basé sur 3 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 3219 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Matières plastiques*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1975.

(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Australie
Autriche
Belgique
Brésil
Espagne
Finlande
France
Hongrie

Israël
Italie
Japon
Nouvelle-Zélande
Pays-Bas
Pologne
Roumanie
Royaume-Uni

ISO 3219:1977

Suède

Suisse

Tchécoslovaquie

Turquie

U.R.S.S.

U.S.A.

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Allemagne

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

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la viscosité des polymères à l'état liquide ou assimilé, à l'aide d'un viscosimètre rotatif permettant de définir le gradient de vitesse de cisaillement théorique, auquel l'essai a été effectué (voir la note).

La présente Norme internationale a un caractère général et constitue essentiellement une spécification des viscosimètres rotatifs à gradient de vitesse de cisaillement défini. Un document particulier à chaque produit (ou groupe de produits) dont on veut mesurer la viscosité, doit fixer les conditions d'application particulières à ce produit : gradient de vitesse de cisaillement, température, etc. Ce document particulier pourra être une norme particulière au produit, un contrat commercial, etc.

En principe, les résultats obtenus par les différents appareils spécifiés dans la présente Norme internationale sont, sinon identiques, du moins très voisins.

NOTE — Les formules de calcul indiquées dans la présente Norme internationale sont théoriques, mais elles donnent le gradient de vitesse de cisaillement réel d'un liquide newtonien avec une très bonne approximation, à condition, bien entendu, que les caractéristiques de l'appareillage soient conformes à la présente Norme internationale.

2 RÉFÉRENCES

ISO 3, *Nombres normaux - Séries de nombres normaux.*

ISO 31/III, *Grandeurs et unités de mécanique.*

ISO 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

3 PRINCIPE

Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif à caractéristiques définies, permettant en même temps le mesurage du gradient de vitesse de cisaillement auquel est effectuée la détermination (voir note du chapitre 1).

4 DÉFINITION, SYMBOLES ET UNITÉS

viscosité (symbole η) (voir ISO 31/III) : 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 :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$

où

η est la viscosité;

τ est la contrainte de cisaillement;

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

v étant la vitesse d'un plan par rapport à l'autre, et z 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 dimension de la viscosité est $ML^{-1}T^{-1}$ et, dans le système international SI, l'unité est le newton seconde par mètre carré ($N \cdot s/m^2$)* ou le pascal seconde ($Pa \cdot s$)*.

5 APPAREILLAGE

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

5.1.1 Dans le cas des appareils à cylindres coaxiaux, dont les diamètres extérieur et intérieur des cylindres (stator ou rotor) sont respectivement d_e et d_i , la valeur de d_e/d_i doit être le plus faible possible et, de préférence, inférieure ou égale à 1,1 et, en aucun cas, supérieure à 1,5. Dans le cas où l'appareil correspond à une valeur supérieure à 1,1, il faut l'indiquer dans le procès-verbal et, si possible, faire la correction qui doit également être indiquée dans le procès-verbal (voir la note).

* $1 N \cdot s/m^2 = 1 Pa \cdot s = 10^3 cP$ (centipoise).

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 :

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

où h_i est la hauteur du cylindre intérieur.

Dans le cas de tels viscosimètres, le gradient de vitesse de cisaillement à retenir est celui qui existe au voisinage de la paroi du cylindre mesurant le couple de torsion, quel que soit le cylindre animé d'un mouvement de rotation. Le gradient de vitesse de cisaillement doit être calculé (comme si les produits étaient newtoniens), en secondes à la puissance moins un, à l'aide de la formule

$$\dot{\gamma} = \frac{4 \pi n}{60} \times \frac{d^2}{d_o^2 - d_i^2}$$

où

n est la fréquence de rotation, en minutes à la puissance moins un;

$d = d_o$ si le cylindre intérieur est le cylindre de mesure du couple, ou

$d = d_i$ si le cylindre extérieur est le cylindre de mesure du couple.

NOTE — Les formules de correction devraient normalement être fournies par le constructeur de l'appareil.

5.1.2 Dans le cas des appareils à cône plan ou à double cône, la valeur de l'angle α , formé respectivement par la génératrice du cône et le plan ou par les génératrices des deux cônes, doit être le plus faible possible et, de préférence, inférieure ou égale à 1° et, en aucun cas, supérieure à 4° . Dans le cas où l'angle a une valeur supérieure à 1° , il faut l'indiquer dans le procès-verbal et, si possible, faire la correction qui doit également être indiquée dans le procès-verbal (voir note en 5.1.1).

Dans le cas de tels viscosimètres, le gradient de vitesse de cisaillement, au voisinage de la surface du corps de mesure, est donné, en secondes à la puissance moins un, par la formule

$$\dot{\gamma} = \frac{2 \pi n}{60} \times \frac{1}{\tan \alpha}$$

$$\approx \frac{2 \pi n}{60} \times \frac{1}{\alpha}$$

où

n est la fréquence de rotation, en minutes à la puissance moins un;

α est l'angle, en radians.

5.1.3 Dans le cas des 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.

5.1.4 Tous ces appareils doivent permettre, pour chaque mesurage, la détermination du gradient de vitesse de cisaillement auquel est effectuée la détermination.

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/fréquence de rotation.

NOTE — Par l'emploi de leurs différents stators, rotors et fréquences de rotation, 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 l'autre. Le choix de l'appareil à utiliser est donc à faire en fonction des gammes de viscosité à mesurer et des gradients de vitesse de cisaillement désirés.

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 périodiquement, peuvent être réalisés au moyen de liquides de viscosité connue, soit par les laboratoires utilisateurs, soit par les laboratoires officiels.

5.2 Thermostat, permettant d'amener et de maintenir le produit en examen à la température de l'essai (normalement 23°C , conformément à l'ISO 291), à $0,2^\circ\text{C}$ près.

Cette tolérance de $\pm 0,2^\circ\text{C}$ est valable pour les températures comprises entre 0 et 50°C . Pour les températures en dehors de ces limites, on est souvent contraint à n'exiger que des tolérances plus larges (par exemple $\pm 0,4^\circ\text{C}$). Par contre, pour des mesures de précision dans la gamme des températures ordinaires, il peut être exigé une tolérance plus étroite (par exemple $\pm 0,1^\circ\text{C}$).

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 thermorégulation incorporé.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Choix du gradient de vitesse de cisaillement (valeurs recommandées)

Le ou les gradients de vitesse de cisaillement à utiliser doivent être spécifiés dans le document particulier concernant le produit (voir chapitre 1). Cependant, si ce document n'existe pas, on s'inspirera des considérations suivantes pour faire ce choix.

6.1.1 Afin de pouvoir comparer entre elles les viscosités mesurées avec différents appareils, il est recommandé de choisir le gradient de vitesse de cisaillement dans la série des valeurs conventionnelles suivantes :

1,00 – 2,50 – 6,30 – 16,0 – 40,0 – 100 – 250 s⁻¹

et ces valeurs multipliées ou divisées par 100.

NOTE – Ces valeurs correspondent à la série de nombres normaux dérivée R 5/2 définie dans l'ISO 3.

6.1.2 Lorsque le produit est newtonien, le gradient de vitesse de cisaillement n'influe pas sur le résultat, et l'on pourrait, en principe, choisir un quelconque gradient de vitesse de cisaillement. Cependant, comme il est en général difficile d'affirmer qu'un produit est newtonien, on doit toujours mesurer et noter le gradient de vitesse de cisaillement auquel est effectuée la détermination.

6.1.3 Si l'on veut comparer entre elles des viscosités de produits non newtoniens, il est indispensable d'opérer à des gradients de vitesses de cisaillement identiques, ou au moins voisins.

6.1.4 Il est possible, pour tous les produits, et recommandé pour les produits non newtoniens, d'effectuer des déterminations à différents gradients de vitesse de cisaillement aussi différents que possible, afin de tracer la courbe viscosité/gradient de vitesse de cisaillement.

6.2 Détermination

Opérer selon la notice fournie par le constructeur du viscosimètre, en tenant compte des principales prescriptions suivantes.

6.2.1 Choix des rotor, stator et fréquence de rotation

Le ou les gradients de vitesse de cisaillement, choisis en 6.1, sont obtenus par le choix d'une combinaison convenable du rotor (ou mobile), du stator (ou récipient) et de la fréquence de rotation.

Si l'appareil ne permet pas de mesurer directement la viscosité à l'une des valeurs du gradient de vitesse de cisaillement choisi, il convient d'effectuer des mesurages aux deux valeurs les plus proches encadrant la valeur choisie et d'interpoler le résultat.

6.2.2 Préparation et conditionnement de l'échantillon

L'échantillon en essai doit être absolument exempt de bulles d'air et d'impuretés avant d'être introduit dans l'appareil.

Pour certains produits, il peut être obligatoire de prévoir un conditionnement à des températures et pendant des durées spécifiées.

6.2.3 Produits hygroscopiques ou contenant des produits volatils

Si le produit est hygroscopique ou est composé de, ou

contient des, matières volatiles, le récipient contenant l'échantillon doit être fermé.

6.2.4 Température

L'essai ne doit commencer que lorsque la température du produit a atteint et se maintient à la température demandée avec la tolérance prescrite en 5.2.

6.2.5 Conditions d'essai

La détermination peut être effectuée à un ou plusieurs gradients de vitesse de cisaillement et à une ou plusieurs températures. En outre, on peut établir ou non des courbes de viscosité en fonction du gradient de vitesse de cisaillement ou de la température, dans les limites qui doivent être précisées.

Ces conditions devraient être spécifiées dans le document particulier concernant le produit ou le groupe de produits (voir chapitre 1).

6.2.6 Précision des résultats

Afin d'obtenir la précision maximale, il est recommandé de choisir des conditions instrumentales donnant la déviation la plus proche possible de la déviation totale.

6.2.7 Nombre d'essais

Dans le cas d'une détermination à un seul gradient de vitesse de cisaillement et à une seule température, on doit effectuer au moins trois mesurages sur une même prise d'essai. Chacun des résultats ne doit pas différer de leur moyenne d'une valeur absolue supérieure à 2 % de l'échelle totale. Il est conseillé d'effectuer des déterminations sur plusieurs prises d'essai.

Dans le cas de déterminations à plusieurs gradients de vitesse de cisaillement ou à plusieurs températures, multiplier en conséquence le nombre d'essais.

6.2.8 Dérive lors des mesurages

Si l'on observe une dérive lors des mesurages et que celle-ci ne soit pas causée par une réaction chimique interne, un échauffement dû à une trop grande fréquence de rotation du mobile, l'évaporation d'un solvant, etc., il se peut que l'on ait affaire à un produit thixotrope ou rhéopexé. Dans ce cas, le document particulier concernant les produits de ce type (voir chapitre 1) devrait fixer le temps au bout duquel devra être effectuée la lecture, ou prescrire de tracer la courbe de viscosité en fonction du temps.

Dans ce cas, les trois mesurages spécifiés en 6.2.7 doivent être effectués sur trois prises d'essai différentes, et non sur la même.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Pour chaque prise d'essai et chaque gradient de vitesse de cisaillement et/ou température, calculer la moyenne des viscosités trouvées, avec trois chiffres significatifs.

Exprimer les résultats (corrigés si nécessaire) en pascals secondes (Pa·s) (ou en centipoises, cP) avec trois chiffres significatifs, en indiquant, entre parenthèses, la température et le gradient de vitesse de cisaillement; par exemple :

$$\eta (23\text{ }^{\circ}\text{C}, 1\ 600\ \text{s}^{-1}) = 4,25\ \text{Pa}\cdot\text{s}\ (\text{ou}\ 4\ 250\ \text{cP})$$

Suivre, si besoin est, les indications données dans les documents particuliers (voir chapitre 1), en ce qui concerne l'établissement d'une courbe pour les produits thixotropes ou rhéopexes (voir 6.2.8).

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir la référence de la présente Norme internationale et les indications suivantes :

- a) désignation du produit en essai;
- b) température de l'essai;
- c) marque et modèle du viscosimètre utilisé;
- d) rotors, stators et fréquences de rotation utilisés, ainsi que, si besoin est, les valeurs des rapports d_0/d_1 ou des angles α des appareils utilisés;
- e) résultats, exprimés conformément au chapitre 7;
- f) importance des corrections qui ont été nécessaires, et leur mode de calcul;
- g) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3219:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b701e49d-3a34-42cb-adc4-b6c5c136f926/iso-3219-1977>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3219:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b701e49d-3a34-42cb-adc4-b6c5c136f926/iso-3219-1977>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3219:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b701e49d-3a34-42cb-adc4-b6c5c136f926/iso-3219-1977>