

NORME
INTERNATIONALE

ISO
3219

Deuxième édition
1993-10-01

**Plastiques — Polymères/résines à l'état
liquide, en émulsion ou en dispersion —
Détermination de la viscosité au moyen
d'un viscosimètre rotatif à gradient de
vitesse de cisaillement défini**

*Plastics — Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or
dispersions — Determination of viscosity using a rotational viscometer
with defined shear rate*



Numéro de référence
ISO 3219:1993(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 3219 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3219:1977), dont elle constitue une révision technique.

Elle a été élaborée en liaison avec l'ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et l'ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

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

© ISO 1993

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

Imprimé en Suisse

Plastiques — Polymères/résines à l'état liquide, en émulsion ou en dispersion — Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif à gradient de vitesse de cisaillement défini

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale établit les principes généraux d'une méthode d'essai pour la détermination de la viscosité des polymères et résines (présentés sous forme liquide, émulsifiée ou dispersée) au moyen de viscosimètres à rotation à géométrie normalisée et avec un gradient défini de la vitesse de cisaillement.

Les déterminations de viscosité effectuées conformément à la présente Norme internationale consistent à établir la corrélation entre la contrainte de cisaillement et le gradient de vitesse. Les résultats obtenus avec les différents appareils conformes à la présente norme sont comparables et s'appliquent aussi bien aux appareils à cisaillement contrôlé qu'aux appareils à contrainte contrôlée.

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 Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 291:1977, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

3 Principe

La viscosité d'un échantillon fluide est mesurée avec un viscosimètre à rotation ayant des caractéristiques définies et permettant de mesurer simultanément le gradient de vitesse de cisaillement et la contrainte de cisaillement.

La viscosité η est calculée à l'aide de l'équation suivante:

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

où

τ est la contrainte de cisaillement;

$\dot{\gamma}$ est le gradient de vitesse.

Conformément au Système international d'unités (SI), l'unité de la viscosité dynamique est le pascal seconde (Pa·s):

$$1 \text{ Pa}\cdot\text{s} = 1 \text{ N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$$

NOTES

1 Les symboles sont conformes à l'ISO 31-3:1992, *Grandeurs et unités — Partie 3: Mécanique.*

2 Lorsque la viscosité dépend du gradient de vitesse auquel a été effectué le mesurage, $\eta = f(\dot{\gamma})$, on dit que le fluide a un comportement non newtonien. Les produits dont la viscosité est indépendante du gradient de vitesse sont considérés comme ayant un comportement newtonien.

4 Appareillage

4.1 Viscosimètre à rotation

4.1.1 Système de mesure

Le système de mesure doit se composer de deux surfaces rigides, symétriques et coaxiales, entre lesquelles on place le fluide dont on veut mesurer la viscosité. L'une de ces surfaces est en rotation à vitesse angulaire constante, alors que l'autre reste immobile. Le système de mesure doit être conçu de façon que l'on puisse définir le gradient de vitesse pour chaque mesurage.

Le dispositif de mesure du couple de torsion doit être connecté avec l'une des surfaces, ce qui permet de déterminer le couple nécessaire pour vaincre la résistance au frottement du liquide.

Les systèmes de mesure pouvant convenir sont, parmi d'autres, cylindres coaxiaux et cône/plan.

La géométrie du système de mesure doit être prescrite de manière à remplir les conditions mentionnées dans les annexes A et B, qui doivent assurer un champ d'écoulement géométriquement semblable pour tous les travaux et pour les appareils de base courants.

4.1.2 Appareil de base

L'appareil de base doit comporter des dispositifs permettant d'adapter le rotor et le stator l'un à l'autre pour générer un intervalle de fréquences de rotation définies (par paliers ou à réglage progressif) et pour mesurer le couple qui en résulte, ou vice versa.

L'appareil doit avoir une précision de mesure du couple inférieure à 2 % de la lecture à pleine échelle. À l'intérieur du domaine de fonctionnement régulier de l'appareil, la précision de la mesure de fréquence de rotation doit être 2 % de la valeur individuelle. La répétabilité du mesurage de la viscosité doit être ± 2 %.

NOTE 3 La plupart des appareils du commerce présentent, avec différents systèmes de mesure et différents régimes de rotation, une plage de mesurage de la viscosité allant d'au moins 10^{-2} Pa·s à 10^3 Pa·s.

Les intervalles du gradient de vitesse varient fortement selon les modèles d'appareils. Le choix d'un appareil de base et du système de mesure adéquat dépend de la plage de viscosité et des gradients de vitesse à mesurer.

4.2 Thermorégulation

La température du bain de circulation ou la température des parois chauffées électriquement doit être maintenue constante avec une tolérance de $\pm 0,2$ °C pour la plage de température allant de 0 °C à 50 °C, et de $\pm 0,5$ °C pour les températures au-delà de ces limites.

Des tolérances plus étroites (par exemple $\pm 0,1$ °C) peuvent s'avérer nécessaires pour des mesures plus précises.

4.3 Thermomètre

La précision du thermomètre doit être $\pm 0,05$ °C.

5 Échantillonnage

La méthode d'échantillonnage et toute méthode spéciale de préparation des échantillons et d'introduction dans le viscosimètre doivent être telles que prescrites dans la norme particulière d'essai pour le matériau.

L'échantillon ne doit pas renfermer d'impuretés visibles, ni de bulles d'air.

Si les échantillons sont hygroscopiques, ou s'ils renferment des constituants volatils, les récipients les contenant doivent être hermétiquement clos afin de minimiser les effets sur la viscosité.

6 Conditions d'essai

6.1 Étalonnage

Il faut étalonner périodiquement les viscosimètres, par exemple en mesurant les caractéristiques du couple de torsion ou bien avec des liquides de référence dont la viscosité est connue (liquides newtoniens). Si la droite d'ajustement des points de mesure pour le fluide de référence ne passe pas par l'origine du système de coordonnées, dans les limites de la précision de la technique, le procédé et l'appareil doivent être contrôlés plus précisément selon les instructions du fabricant.

Les liquides de référence utilisés pour l'étalonnage doivent être dans le même domaine de viscosité que le ou les échantillons à mesurer.

6.2 Température d'essai

Étant donné que la viscosité dépend de la température, les mesurages à but comparatif doivent être effectués à la même température. Si des informations dans le domaine de la température ambiante sont

exigées, et si cela est possible, on préférera une température contrôlée de $23,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$.

On trouvera de plus amples détails dans la norme particulière d'essai pour le matériau.

NOTE 4 Il y a dissipation d'énergie dans l'échantillon pendant le mesurage. Dans le cas de liquides newtoniens et de conditions d'essai adiabatiques, la dissipation est donnée par $\eta \cdot \dot{\gamma}^2$ (W/m^3) et peut provoquer une augmentation de la température de l'échantillon.

6.3 Choix du gradient de la vitesse de cisaillement

Les valeurs du gradient de vitesse de cisaillement doivent être telles que prescrites dans la norme particulière d'essai pour le matériau.

Pour tous les produits newtoniens, et en particulier pour les liquides non newtoniens, il est recommandé d'exécuter les mesurages avec un nombre aussi élevé que possible de gradients de vitesse (au moins quatre), selon les possibilités de réglage ou les programmes pour la fréquence de rotation (ou pour le couple dans le cas des appareils à commande contrôlée). Les gradients de vitesse sélectionnés doivent différer fortement, de façon que l'on puisse tracer une courbe compréhensive de viscosité en fonction du gradient de vitesse.

Il est recommandé de choisir la valeur du gradient de vitesse parmi les valeurs suivantes lorsqu'on désire comparer des viscosités mesurées avec différents appareils:

$1,00\text{ s}^{-1}$, $2,50\text{ s}^{-1}$, $6,30\text{ s}^{-1}$, $16,0\text{ s}^{-1}$, $40,0\text{ s}^{-1}$,
 100 s^{-1} , 250 s^{-1} ;

ou

$1,00\text{ s}^{-1}$, $2,50\text{ s}^{-1}$, $5,00\text{ s}^{-1}$, $10,0\text{ s}^{-1}$, $25,0\text{ s}^{-1}$,
 $50,0\text{ s}^{-1}$, 100 s^{-1} ;

ainsi que le centuple ou le centième de ces valeurs.

Si un appareil de base donné n'admet pas la sélection de ces valeurs, il faudra les choisir à partir de la courbe de lissage.

Dans le cas des matériaux non newtoniens, le mesurage doit commencer avec un gradient croissant, c'est-à-dire cela, on réduit la vitesse tandis que d'autres mesures sont faites avec des gradients de vitesse décroissants.

NOTE 5 On peut de cette façon déterminer la thixotropie et la rhéopexie, mais uniquement d'une manière qualitative.

Dans le cas de liquides thixotropes ou rhéopexes, les conditions d'essai doivent être telles que prescrites dans la norme particulière d'essai pour le matériau.

Avant le mesurage, l'échantillon doit rester pendant un temps suffisant dans le viscosimètre pour recouvrer une structure thixotrope. Ce temps dépendra de la nature de l'échantillon.

Si les lectures effectuées avec le gradient croissant et le gradient décroissant ne diffèrent que d'une manière aléatoire, on peut établir la moyenne des deux lectures. Si l'on observe une différence systématique comme dans le cas des systèmes thixotropiques, il y a lieu d'enregistrer les deux valeurs.

6.4 Mode opératoire

Lorsqu'il n'y a pas d'accords particuliers, effectuer trois mesurages conformément à l'annexe A ou B, chacun avec un nouveau prélèvement d'échantillon. Pour le mesurage de la viscosité, voir annexes A et B.

Si l'on doit déterminer la viscosité d'un produit donné à différentes températures, effectuer les mesurages à chaque température avec le même échantillon, à condition que le système de mesure choisi soit applicable sur toute l'étendue du champ de mesure (car la viscosité dépend de la température).

Pour des mesures répétées, utiliser un nouvel échantillon, si possible, et déterminer la viscosité en commençant avec des températures croissantes et en continuant avec des températures décroissantes.

Avant le mesurage, l'échantillon doit rester un temps suffisant dans le viscosimètre afin d'atteindre la température voulue.

7 Expression des résultats

Calculer la viscosité η , exprimée en pascals secondes, à l'aide des équations indiquées dans le manuel d'instructions, ou déterminer au moyen des tableaux ou nomogrammes fournis avec l'appareil de mesure. Calculer la moyenne arithmétique des trois valeurs obtenues.

Pour l'expression de la viscosité, indiquer entre parenthèses la température et le gradient de vitesse auxquels la viscosité a été mesurée, par exemple:

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

Lorsqu'on a effectué des mesurages de viscosité à différentes températures et différents gradients de

vitesse, reporter les valeurs mesurées sur un graphique pour illustrer cette relation.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification du matériau essayé;
- c) date du prélèvement d'échantillon;
- d) température d'essai, en degrés Celsius;
- e) méthode de préparation de l'échantillon;
- f) description du viscosimètre, système de mesure et géométrie;
- g) courbe d'écoulement ou de viscosité, prenant en compte toutes les valeurs corrélées de τ en pascals et de $\dot{\gamma}$ en secondes à la puissance moins un:
 - h) en cas de mesures ponctuelles, indication de la viscosité et du gradient de vitesse (voir article 7);
 - i) dans le cas de liquides thixotropes et rhéopexes, conditions d'essai, par exemple temps de montée et cisaillement total, utilisées;
 - j) temps de mesure (c'est-à-dire temps écoulé entre l'obtention de la vitesse de cisaillement et avant la lecture de la valeur);
 - k) valeurs individuelles de viscosité, en pascals secondes ou millipascals secondes, et moyenne arithmétique;
 - l) modalités d'essai déterminées par accord et différant de celles prescrites dans la présente Norme internationale, par exemple en ce qui concerne le dimensionnement du système de mesure;
 - m) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3219:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5be1741d-fb36-425f-9db4-2cceb3dc187/iso-3219-1993>

Annexe A (normative)

Systèmes avec cylindres coaxiaux

A.1 Caractéristiques du système

Le système de mesure se compose d'une coupe, c'est-à-dire d'un cylindre extérieur dont le fond est fermé, et d'un corps plongeant, c'est-à-dire le cylindre intérieur et sa tige. Comme représenté à la figure A.1. Le corps plongeant sert de rotor et le cylindre extérieur sert de stator, ou vice versa.

A.2 Méthodes de calcul

La contrainte de cisaillement τ et le gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ ne sont pas constants sur la section annulaire des viscosimètres à rotation à cylindres coaxiaux; leurs valeurs décroissent de l'intérieur vers l'extérieur (type Searle) ou vice versa (type Conette). En outre, la variation de $\dot{\gamma}$ dépend également des propriétés rhéologiques du matériau soumis à l'essai.

Il est commode de calculer les valeurs «représentatives»¹⁾ de τ et $\dot{\gamma}$ qui ne se manifestent pas à la surface proprement dite du système de mesure (c'est-à-dire sur le rayon extérieur r_e ou sur le rayon intérieur r_i) mais à une certaine distance dans l'espace. On a démontré théoriquement et expérimentalement que les valeurs représentatives τ_{rep} et $\dot{\gamma}_{rep}$ calculées à l'aide des équations (A.2) et (A.3) décrivent avec une très bonne approximation l'écoulement des fluides ayant un indice de pente (local power law) dans le domaine de 0,3 à 2.

La contrainte de cisaillement, exprimée en pascals, est calculée à l'aide des équations (A.1) et (A.2) à partir du couple M mesuré sur le rayon intérieur (r_i) ou extérieur (r_e), ces deux rayons étant exprimés en mètres.

$$\tau_i = \frac{M}{2\pi L r_i^2 C_L}; \quad \tau_e = \frac{M}{2\pi L r_e^2 C_L} \quad \dots (A.1)$$

$$\tau_{rep} = \frac{\tau_i + \tau_e}{2} = \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2} \times \tau_i = \frac{1 + \delta^2}{2} \times \tau_e$$

$$= \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2} \times \frac{M}{2\pi L r_i^2 C_L} \quad \dots (A.2)$$

où

- M est le couple, en newtons mètres;
- δ est le quotient du rayon du cylindre extérieur par celui du cylindre intérieur;
- L est la longueur, en mètres, du cylindre intérieur;
- C_L est un facteur de correction tenant compte du couple agissant sur les extrémités du système de mesure (ce facteur de correction dépend de la géométrie du système de mesure et des propriétés rhéologiques du liquide; la valeur de C_L doit être déterminée expérimentalement pour chaque type de géométrie).

Le gradient de vitesse représentatif, exprimé en radians par seconde, est calculé à l'aide de l'équation suivante:

$$\dot{\gamma}_{rep} = \omega \times \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \quad \dots (A.3)$$

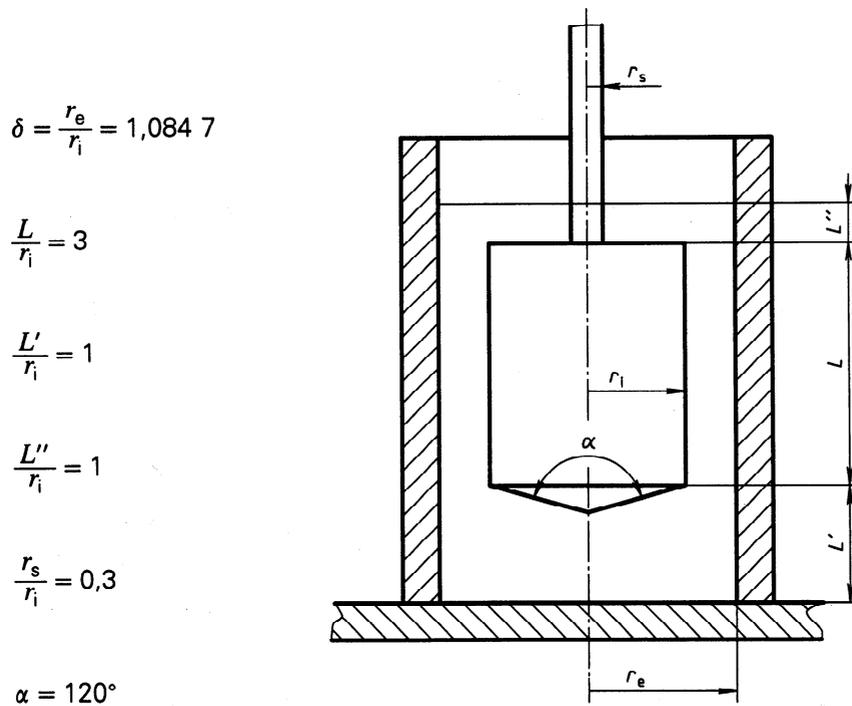
où ω est la vitesse angulaire, en radians par seconde. Si la fréquence de rotation n est exprimée en tours par minute, on aura

$$\omega = \frac{2\pi n}{60} = 0,1047 n$$

A.3 Géométrie standard (voir figure A.1)

Les dimensions géométriques de ce type de système de mesure, adapté à un viscosimètre donné, sont basées sur les relations géométriques indiquées ci-après. Celles-ci assurent des caractéristiques d'écoulement géométriquement similaires pour tous les essais et tous les appareils.

1) Voir Gieseke H. and Langer G. Determination of the line flow curves of non-Newtonian liquids and plastics using the representative viscosity method, *Rheologica Acta* **16**, 1977, n° 1, pp.1-22.



- δ est le rapport du rayon du cylindre extérieur à celui du cylindre intérieur;
 L est la longueur du cylindre intérieur;
 L' est la distance entre l'arête inférieure du cylindre intérieur et le fond du cylindre extérieur;
 L'' est la longueur de la partie immergée de la tige;
 r_i est le rayon du cylindre intérieur;
 r_e est le rayon du cylindre extérieur;
 r_s est le rayon de la tige;
 α est l'angle d'ouverture du cône sur la face inférieure du cylindre intérieur.

NOTES

- 1 Le cône situé à l'extrémité inférieure du cylindre intérieur permet d'éviter les bulles d'air lors de l'immersion du cylindre dans le liquide.
- 2 Les systèmes à cylindres coaxiaux requièrent un alignement exact des axes du cylindre intérieur et du cylindre extérieur.

Figure A.1 — Système de cylindres coaxiaux à géométrie standard

Le volume de l'échantillon dépend uniquement du rayon r_i et est calculé à l'aide de l'équation suivante:

$$V = 8,17r_i^3 \quad \dots (A.4)$$

Pour les systèmes de mesure ayant cette géométrie standard, le facteur de correction C_L est indépendant du rayon r_i . Dans le cas des liquides newtoniens, on a trouvé la valeur empirique suivante:

$$C_L = 1,10$$

La valeur de C_L n'est plus constante dans le cas des liquides non newtoniens, car elle dépend alors du gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ et des propriétés rhéologiques du liquide.

NOTE 6 Pour les liquides de viscosité non newtonienne, C_L peut atteindre des valeurs allant jusqu'à 1,2 pour certains gradients de vitesse. Dans le cas des liquides viscoplastiques possédant une limite élastique, on mesure des valeurs de C_L allant jusqu'à 1,28 pour de faibles vitesses de cisaillement.

Avec $C_L = 1,10$ (liquides newtoniens), $\delta^2 = 1,176 57$ et $\tau_{rep} = 0,925\tau_i = 1,088\tau_e$, on obtient les équations numériques suivantes si la contrainte de cisaillement représentative τ_{rep} est exprimée en pascals, le couple M en newtons mètres, le gradient de vitesse représentatif $\dot{\gamma}_{rep}$ et la vitesse angulaire ω en radians par seconde, le rayon intérieur r_i en mètres et la fréquence de rotation n en minutes à la puissance moins un:

$$\tau_{rep} = 0,044 6 \times \frac{M}{r_i^3} \quad \dots (A.5)$$

$$\dot{\gamma}_{rep} = 12,33 \omega = 1,291n \quad \dots (A.6)$$

A.4 Autres géométries

Si, pour certaines raisons, on ne peut pas utiliser la géométrie standard, il est possible de choisir des systèmes de mesure ayant d'autres dimensions. Pour pouvoir néanmoins utiliser les méthodes de calcul décrites en A.2, les conditions suivantes doivent être remplies:

$$\delta = \frac{r_e}{r_i} \leq 1,2$$

$$\frac{L}{r_i} \geq 3$$

$$\frac{L'}{r_i} \geq 1$$

$$90^\circ \leq \alpha \leq 150^\circ$$

Le facteur de correction C_L pour l'effet de fond prend des valeurs différentes (généralement plus élevées) par rapport à la géométrie standard.

NOTE 7 Le choix d'un espace annulaire étroit comme $\delta \leq 1,2$ assure une bonne approximation de la viscosité représentative calculable d'une manière simple et aisée. On peut montrer que la viscosité représentative au gradient de vitesse correspondant ne diffère que très peu des valeurs réelles ($\leq 3,5\%$). Avec la géométrie standard, l'erreur est généralement beaucoup plus faible.

A.5 Détermination

En utilisant un système de coordonnées rectangulaire et linéaire, porter les valeurs du couple de torsion lues sur l'appareil de mesure et les valeurs correspondantes des fréquences de rotation n . Tracer une courbe qui passe par ces points. Ce n'est qu'au cours d'une deuxième étape que l'on pourra convertir aux valeurs correspondantes de la contrainte de cisaillement et du gradient de vitesse les paires de valeurs du couple de torsion et de la fréquence de rotation lues sur la courbe:

contrainte de cisaillement τ selon l'équation (A.2) ou (A.5);

gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ selon l'équation (A.3) ou (A.6).

Si possible, choisir les valeurs de τ ou de $\dot{\gamma}$ qui forment une série géométrique. En portant graphiquement ces paires, on obtient la courbe $\tau = f(\dot{\gamma})$.

Si cette courbe d'écoulement est une droite passant par l'origine, la viscosité peut être exprimée par une seule valeur numérique correspondant à la pente de cette droite, ou bien par calcul du quotient $\eta = \tau/\dot{\gamma}$ d'une paire de valeurs mesurées ($\tau, \dot{\gamma}$).

Si la courbe d'écoulement n'est pas une droite, on pourra également établir le quotient $\tau/\dot{\gamma}$ à partir des valeurs corrélées et le porter graphiquement, en tant que viscosité dépendant de la contrainte de cisaillement ou du gradient de vitesse, en fonction de τ ou de $\dot{\gamma}$ [courbe de viscosité $\eta(\tau)$ ou $\eta(\dot{\gamma})$].

Arrondir toutes les valeurs mesurées et calculées à trois chiffres significatifs, par exemple:

$$\dot{\gamma} = 42,8 \text{ s}^{-1}; \quad \eta = 0,318 \text{ Pa}\cdot\text{s}$$

$$\tau = 13,6 \text{ Pa}; \quad \theta = 23,0 \text{ }^\circ\text{C}$$