

## **PRODUITS EPAIS A BASE DE PVC CARACTERISTIQUES RHEOLOGIQUES (VISCOSIMETRE ROTATIF A CYLINDRES COAXIAUX)**

Page 1/6

**SANS RESTRICTION D'UTILISATION**

### **1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant de caractériser les produits épais à base de poly(chlorure de vinyle) (PVC), à partir de paramètres rhéologiques obtenus lors de mesures effectuées à l'aide d'un viscosimètre rotatif à cylindres coaxiaux.

Elle s'applique aux substances du type plastisol, aux bases PVC chargées utilisées comme produit antigravillonnage, comme produit d'étanchéité ou comme produit de calage dont la viscosité dynamique (ou apparente) est comprise entre 0,1 et 10 Pa.s et présentant un seuil d'écoulement compris entre 10 et 500 Pa. Elle ne s'applique pas aux substances pouvant présenter un comportement dilatant ou rhéopexe ainsi qu'aux produits présentant un phénomène de rupture d'homogénéité lorsqu'ils sont soumis à un cisaillement. Deux procédés sont utilisés :

#### **Procédé A :**

Pour les produits antigravillonnage et d'étanchéité pulvérisés.

#### **Procédé B :**

Pour les produits de calage.

### **2.PRINCIPE**

L'essai consiste à soumettre une déformation de cisaillement "D", au produit à caractériser et à enregistrer la contrainte de cisaillement "τ" qui en résulte. La courbe  $\tau = f(D)$ , appelée rhéogramme, permet en utilisant le modèle mathématique le mieux approprié, de déterminer les caractéristiques rhéologiques.

### **3.APPAREILLAGE**

#### **3.1.VISCOSIMETRE ROTATIF A CONTRAINTE IMPOSEE**

type RHEOMAT 30 ou RHEOMAT 115.

#### **3.2.CORPS DE MESURE (GODET ET MOBILE)**

comprenant les systèmes suivants : MSC2, MSC4 et MSD4 de RHEOMAT.

#### **3.3.BAIN-MARIE THERMOSTATE**

à 23 °C ± 0,5 °C.

#### **3.4.THERMOMETRE DE PRECISION**

permettant d'apprécier le demi °C.

#### **3.5.MICRO-INFORMATIQUE**

pouvant piloter l'appareil, stocker, exploiter et présenter graphiquement les résultats.

#### **3.6.IMPRIMANTE**

#### **3.7.TRACEUR**

PRODUITS EPAIS A BASE DE PVC	D55 5370	2/6
------------------------------	----------	-----

**3.8.SPATULE****3.9.CHRONOMETRE**

PRODUITS EPAIS A BASE DE PVC	D55 5370	3/6
------------------------------	----------	-----

## 4. REACTIFS

### 4.1. HUILE ETALON TYPE B

de CANNON, référence N 350 de viscosité certifiée  $\eta = 0,7558 \text{ Pa.s}$  à  $25^\circ\text{C}$ .

### 4.2. HUILE ETALON TYPE C

de CANNON, référence S 2000 de viscosité certifiée  $\eta = 5,408 \text{ Pa.s}$  à  $25^\circ\text{C}$ .

### 4.3. HUILE ETALON TYPE D

de CANNON, référence S 8000 de viscosité certifiée  $\eta = 20,04 \text{ Pa.s}$  à  $25^\circ\text{C}$ .

### 4.4. SOLVANT DE NETTOYAGE

Ethanol ou acétate d'éthyle technique.

## 5. MODE OPERATOIRE

### 5.1. ETALONNAGE DE L'APPAREIL

- S'assurer de la bonne température de l'eau du bain-marie (3.3) à l'aide du thermomètre (3.4).
- Régler le zéro électrique du viscosimètre (3.1) sans contrainte et avec soin lors de chaque mise sous tension de l'appareil.
- Vérifier l'aplomb du viscosimètre (3.1) à l'aide du niveau à bulle fixé sur le support de l'appareil.
- Contrôler la précision et la sensibilité de l'appareil, deux fois par an, en utilisant les trois huiles étalon (4.1), (4.2) et (4.3) de la façon suivante.
  - Cas de l'huile (4.1)  
Utiliser le système MSC4 et imposer des gradients de vitesse  $\epsilon$  de 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600 et  $700 \text{ s}^{-1}$ .  
Relever les contraintes correspondantes  $\tau$  après 1 minute de rotation au gradient de vitesse imposée  $\epsilon$ .  
Tracer la courbe  $\tau = f(\epsilon)$ .
  - Cas de l'huile (4.2)  
Utiliser le système MSC2 et imposer des gradients de vitesse de 10, 20, 30, 40, 50 et  $60 \text{ s}^{-1}$ .  
Relever les contraintes correspondantes après 1 minute de rotation au gradient de vitesse imposé et tracer la courbe  $\tau = f(\epsilon)$ .
  - Cas de l'huile (4.3)  
Utiliser le système MSD4 et imposer des gradients de vitesse de 10, 20, 30, 40, 50 et  $60 \text{ s}^{-1}$ .  
Relever les contraintes correspondantes après 1 minute de rotation au gradient de vitesse imposé et tracer la courbe  $\tau = f(\epsilon)$ .

**Nota :** Dans tous les cas, ces courbes doivent être des droites dont la pente coïncide à moins de 5 % près aux valeurs de viscosité attendues et dont l'ordonnée à l'origine doit être inférieure à 10 pascals. Dans le cas contraire faire procéder à une révision de l'appareil.

## 5.2. PREPARATION DE L'ESSAI

- Prélever un échantillon représentatif d'environ 500 grammes de produit à examiner conformément aux normes NF EN 21512 ou NF T 76-104.
- L'échantillon et le corps de mesure doivent être à la température de  $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ , dans le cas contraire les conditionner le temps nécessaire.
- Homogénéiser lentement le produit pendant une minute à l'aide de la spatule (3.8).
- Avant chaque mesure, nettoyer le corps de mesure (3.2) avec le solvant de nettoyage (4.4).
- Introduire le produit dans le godet (3.2) en prenant soin de ne pas enfermer de l'air.
- Introduire très doucement le mobile correspondant dans le godet et fixer le système de mesure selon les indications du constructeur.
- Attendre cinq minutes avant d'effectuer la mesure.

## 5.3. REALISATION DE L'ESSAI

- Régler la sensibilité soit automatiquement, soit manuellement, dans ce cas fixer une sensibilité maximale sans dépasser toutefois 150 % de la valeur pleine échelle. Si la sensibilité retenue est trop forte, recommencer l'essai.
- Mettre en route le viscosimètre (3.1) selon les indications du constructeur et effectuer l'essai suivant l'un des deux procédés définis ci-dessous.

Système de mesure	Procédé	Expression des résultats	Pas 1				Pas 2	
			Repos	Montée	Palier	Descente	Palier	Descente
MSC4	A	Durée (s)	300	60	300	60	10	60
		Gradient de vitesse ( $\text{s}^{-1}$ )	7,15	7,15 à 715	715	715 à 7,15	7,15	7,15 à 0
MSC2	B	Durée (s)	300	60	300	60	10	60
		Gradient de vitesse ( $\text{s}^{-1}$ )	7,15	2,9 à 62	62	62 à 2,9	2,9	2,9 à 0

- Effectuer trois mesures, en utilisant trois échantillons avec prélèvement différent.

## 6. EXPRESSION DES RESULTATS

Les produits épais à base de PVC sont des substances dites THIXOTROPES, les courbes montantes et descendantes ne se recouvrent pas. Le rhéogramme est non linéaire et présente un seuil d'écoulement. L'interprétation de la courbe descendante est faite à partir d'une simulation mathématique selon le modèle de BINGHAM.

### 6.1. VISCOSITE

La viscosité  $\eta_B$ , exprimée en pascals-seconde (Pa.s), est définie dans la partie haute de la courbe descendante, par la relation suivante :

$$\eta_B = \frac{\tau_{\max} - \tau_B}{D_{\max}}$$

dans laquelle :  $\tau_{\max}$  = valeur maximale de la contrainte de cisaillement correspondant à la valeur maximale du gradient de vitesse,  
 $\tau_B$  = valeur de la contrainte de cisaillement extrapolée exprimée en pascals,  
 $D_{\max}$  = valeur maximale du gradient de vitesse exprimée en secondes moins un.

### 6.2. SEUIL D'ÉCOULEMENT HAUT GRADIENT

Le seuil d'écoulement haut gradient, exprimé en pascals (Pa), est déterminé automatiquement par la micro-informatique sur la partie haute de la courbe descendante  $\tau = f(D)$ .

### 6.3. SEUIL D'ÉCOULEMENT BAS GRADIENT

Le seuil d'écoulement bas gradient, exprimé en pascals (Pa), est déterminé automatiquement par la micro-informatique sur la partie basse de la courbe descendante  $\tau = f(D)$ .

Les caractéristiques du produit doivent être définies par la valeur moyenne des trois mesures successives. Celles-ci ne doivent pas s'écarter de la valeur moyenne  $\pm 5\%$ . Dans le cas contraire, éliminer la valeur la plus éloignée et refaire une mesure. Procéder ainsi de suite de façon à obtenir trois valeurs groupées.

## 7. PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :

- la référence de la présente méthode,
- le procédé utilisé (A ou B),
- la référence exacte du produit examiné,
- le nom du fournisseur,
- le numéro du lot,
- la date de fabrication,
- le type de viscosimètre utilisé,
- la date de l'essai,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

## 8.HISTORIQUE ET DOCUMENT CITES

### 8.1.HISTORIQUE

#### 8.1.1.CREATION

- OR: 01/02/1995 - CREATION DE LA NORME.

#### 8.1.2.OBJET DE LA MODIFICATION

- A: 01/10/1995 - MISE A JOUR DES DOCUMENTS CITES.
- B: 24/10/1997 - REPRISE SOUS IDEM.

### 8.2.DOCUMENTS CITES

#### 8.2.1.DOCUMENTS PSA

##### 8.2.1.1.Normes

##### 8.2.1.2.Autres

#### 8.2.2.DOCUMENTS EXTERIEURS

DEXEN21512 DEXNFT76-104

### 8.3.EQUIVALENT A :

### 8.4.CONFORME A :

### 8.5.MOTS CLEFS

BASE, CARACTERISTIQUES, COAXIAUX, CYLINDRES, EPAIS, PRODUITS, PVC, RHEOLOGIQUES, ROTATIF, VISCOSIMETRE