

# PEINTURES SOLVANTEES CARACTERISTIQUES RHEOLOGIQUES (VISCOSIMETRE ROTATIF A CYLINDRES COAXIAUX)

Page 1/8

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 peintures à l'état liquide, à partir de paramètres rhéologiques obtenus lors de mesures effectuées à l'aide d'un viscosimètre rotatif à cylindres coaxiaux.

Elle s'applique aux peintures intermédiaires et de finition, solvantées et hydrodiluables.

Deux procédés peuvent être utilisés.

- Procédé A : mesure de l'ensemble des caractéristiques rhéologiques.
- Procédé B : mesure de la viscosité dynamique sous un gradient de cisaillement défini. Il s'applique aux peintures de viscosité dynamique  $\geq 25$  mPa.s.

## 2.PROCEDE A

### 2.1. PRINCIPE

A l'aide d'un viscosimètre rotatif à cylindres coaxiaux et vitesse imposée :

- Tracer une courbe d'écoulement pour un gradient de vitesse  $D$  compris entre 0 et  $100 \text{ s}^{-1}$ . Cette courbe permet de calculer :
  - la viscosité  $\eta_{100}$  en mPa.s pour un gradient de vitesse de  $100 \text{ s}^{-1}$ ,
  - le seuil d'écoulement  $\sigma$  en mPa.
- Après cisaillement sous un gradient de vitesse  $D = 30 \text{ s}^{-1}$ , enregistrer la restructuration du produit à  $D = 1 \text{ s}^{-1}$  qui permet de calculer :
  - la viscosité  $\eta_1$  en mPa.s pour un gradient de vitesse de  $1 \text{ s}^{-1}$ ,
  - la vitesse initiale de restructuration **Vgel** en mPa.s/s,
  - le temps de restructuration de gel **tgel** en secondes.

### 2.2. DEFINITION DES TERMES

- Seuil d'écoulement  $\sigma$ .  
Contrainte minimale pour obtenir un début d'écoulement du produit.
- Temps de restructuration de gel **tgel**.  
Temps écoulé pour obtenir une viscosité constante sur la courbe viscosité =  $f(t)$  (voir courbe en annexe 1).
- Vitesse initiale de restructuration **Vgel**.  
Vitesse initiale de reprise de viscosité du produit. Elle est calculée par régression linéaire entre le 4<sup>ème</sup> et le 9<sup>ème</sup> point d'acquisition de la courbe viscosité =  $f(t)$  (voir courbe en annexe 1).
- Restructuration.  
Réorganisation progressive de la structure physico-chimique d'un produit, tendant vers la structure initiale, après suppression d'une contrainte ou déformation.
- Déstructuration.  
Destruction temporaire ou irréversible de la structure physico-chimique d'un produit sous l'action d'une contrainte ou d'une déformation (cisaillement, etc.).

## 2.3. APPAREILLAGE ET REACTIF

### 2.3.1. VISCOSIMETRE ROTATIF

HAAKE type CV100/RV20, ou équivalent.

### 2.3.2. SYSTEMES DE MESURE

MOONEY EWART ME15, ME30 et ME45.

### 2.3.3. FILTRE 1 $\mu$ M DESSECHANT POUR AIR COMPRI.

### 2.3.4. BAIN THERMOSTATIQUE

A circulation pouvant être réglé entre -20°C et 100°C à  $\pm 0,5^\circ\text{C}$ .

### 2.3.5. MICRO-ORDINATEUR

Compatible IBM-PC.

### 2.3.6. SERINGUE

En verre de 10 millilitres.

### 2.3.7. SPATULE

### 2.3.8. SOLVANTS DE NETTOYAGE

Type solvant naphta (100% aromatique) ou éther de glycol.

## 2.4. MODE OPERATOIRE

- Choisir, en fonction de la viscosité supposée de la peinture examinée, l'un des systèmes de mesure (2.3.2.).
- Régler préalablement le bain thermostatique (2.3.4.) à  $23^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$  et laisser l'ensemble du système de mesure se stabiliser à cette température pendant environ 30 minutes.
- Remuer à l'aide de la spatule (2.3.7.) l'échantillon de peinture afin de remettre en suspension les charges et les pigments.
- Prélever à l'aide de la seringue (2.3.6.) la quantité de peinture nécessaire (de 2 à 10 ml).
- Programmer une courbe d'écoulement selon les conditions données ci-dessous.

Gradient de vitesse D ( $\text{s}^{-1}$ )	Temps (minutes)	Nombre de points d'acquisition
de 0 à 100	4	100
100	2	50
de 100 à 0	4	250

- Programmer un cisaillement sur le même échantillon pendant 5 minutes à  $D = 30 \text{ s}^{-1}$  (avec 100 points d'acquisition) suivi d'un cisaillement pendant 15 minutes à  $D = 1 \text{ s}^{-1}$  (avec 300 points d'acquisition).

## 2.5. EXPRESSION DES RESULTATS

Définir sur le dernier segment de la courbe d'écoulement (voir annexe 2) :

- la viscosité  $\eta_{100}$ , exprimée en millipascals-seconde (mPa.s), entre  $80 \text{ s}^{-1}$  et  $100 \text{ s}^{-1}$  par régression de type BINGHAM,
- le seuil d'écoulement  $\sigma$ , exprimé en millipascals (mPa), par régression de type CASSON sur les 5 derniers points de mesure (voir courbe type en annexe 2).

PEINTURES - CARACTERISTIQUES RHEOLOGI...	D55 5374	3/8
--	----------	-----

Définir sur le dernier segment de la courbe de restructuration (voir annexe 1) :

- la vitesse initiale de restructuration **V<sub>gel</sub>**, exprimée en millipascals-seconde par seconde (mPa.s/s) calculée par régression linéaire entre les 4<sup>ème</sup> et 9<sup>ème</sup> points d'acquisition,
- la viscosité à 1 s<sup>-1</sup>  $\eta_1$ , exprimée en millipascals-seconde (mPa.s), calculée par régression linéaire entre 14 et 15 minutes d'acquisition,
- temps de restructuration de gel **t<sub>gel</sub>**, exprimé en secondes (s), qui est le point d'intersection des deux droites de régression (voir courbe type en annexe 1).

## 3.PROCEDE B

### 3.1. PRINCIPE

Appliquer au produit à analyser une déformation de cisaillement " $\gamma$ " et enregistrer la contrainte de cisaillement " $\tau$ " qui en résulte. La viscosité dynamique apparente  $\eta_{(D)}$  est calculée par le rapport  $\tau/\gamma$ .

### 3.2. APPAREILLAGE ET REACTIFS

#### 3.2.1. VISCOSIMETRE ROTATIF

A cisaillement imposé et à affichage direct de la viscosité dynamique, capable d'imposer automatiquement un gradient de cisaillement défini pendant un temps déterminé.

#### 3.2.2. SYSTEME DE MESURE

A cylindres coaxiaux, dont les caractéristiques géométriques sont les suivantes :

- Rayon du corps de mesure  $R_i = 22,5$  mm.
- Rayon du godet de mesure  $R_a = 24,4$  mm.
- Angle du cône de mesure  $\alpha = 120^\circ$ .
- Longueur du corps de mesure  $L = 67,5$  mm.
- Distance entre le bord inférieur du corps de mesure et le fond du godet  $L' = 35$  mm.

Ce système doit être équipé d'une enceinte de régulation de température avec sonde de température incorporée.

#### 3.2.3. BAIN THERMOSTATIQUE

A circulation de fluide permettant de réguler à  $23^\circ\text{C} \pm 0,5^\circ\text{C}$  l'enceinte du système de mesure (3.2.2.).

#### 3.2.4. NIVEAU A BULLE

De préférence circulaire.

#### 3.2.5. THERMOMETRE DE PRECISION

Précis à  $0,5^\circ\text{C}$ .

#### 3.2.6. HUILE ETALON

De viscosité certifiée  $\eta = 34$  mPa.s à  $25^\circ\text{C}$ .

#### 3.2.7. HUILE ETALON

De viscosité certifiée  $\eta = 120$  mPa.s à  $25^\circ\text{C}$ .

#### 3.2.8. HUILE ETALON

De viscosité certifiée  $\eta = 230$  mPa.s à  $25^\circ\text{C}$ .

#### 3.2.9. SOLVANT DE NETTOYAGE

Compatible avec le produit à essayer.

### 3.3. MODE OPERATOIRE

#### 3.3.1. ETALONNAGE DU VISCOSIMETRE

- Vérifier l'aplomb du viscosimètre (3.2.1.) à l'aide du niveau à bulle (3.2.4.).
- Régler le zéro électrique du viscosimètre sans contrainte selon les indications du constructeur de l'appareil.
- Mettre en fonctionnement le bain thermostatique (3.2.3.) et vérifier la température de l'enceinte de régulation du système de mesure (3.2.2.).
- Contrôler la précision et la sensibilité du viscosimètre, deux fois par an, en utilisant les huiles étalons (3.2.6.), (3.2.7.), (3.2.8.) de la façon suivante :
  - Utiliser le système de mesure (3.2.2.).
  - Imposer des gradients de cisaillement  $\gamma$  de 50, 100, 200, 300 s<sup>-1</sup>.
  - Pour chaque gradient de cisaillement, relever la viscosité  $\eta$  correspondante.

**Nota** . Dans tous les cas, l'écart par rapport à la valeur certifiée de viscosité doit être inférieur à 1%.

#### 3.3.2. PREPARATION DE L'ESSAI

- Avant chaque essai, nettoyer le système de mesure (3.2.2.) avec le solvant de nettoyage (3.2.9.).
- Prélever un échantillon d'environ 500 grammes de produit à analyser.
- Le produit après avoir été parfaitement homogénéisé doit être exempt de bulles d'air, de peaux ou de corps étrangers en suspension.
- L'échantillon et le système de mesure (3.2.2.) doivent être à la température de 23°C ± 2°C, dans le cas contraire les conditionner le temps nécessaire.
- Introduire l'échantillon dans le godet du système de mesure jusqu'au niveau préconisé par le constructeur de l'appareil en prenant soin de ne pas emprisonner d'air.
- Introduire très doucement le mobile correspondant dans le godet et fixer le système de mesure selon les indications du constructeur.
- Attendre 5 minutes avant d'effectuer l'essai.

#### 3.3.3. ESSAI

- Régler la sensibilité de l'appareil automatiquement ou manuellement selon les indications du constructeur.
- Mettre en fonctionnement le viscosimètre (3.2.1.) selon les indications du constructeur et effectuer l'essai selon les conditions définies ci-dessous.
  - Gradient de cisaillement : 250 s<sup>-1</sup>.
  - Durée : 60 secondes.
- Effectuer trois mesures sur trois prélèvements différents.

### 3.4. EXPRESSION DES RESULTATS

La viscosité dynamique d'une peinture, exprimée en millipascals-seconde (mPa.s), est donnée par le nombre entier le plus voisin de la moyenne arithmétique des résultats des trois mesures.

L'écart entre chacune des mesures et la moyenne doit être inférieur à 3% de la valeur moyenne.

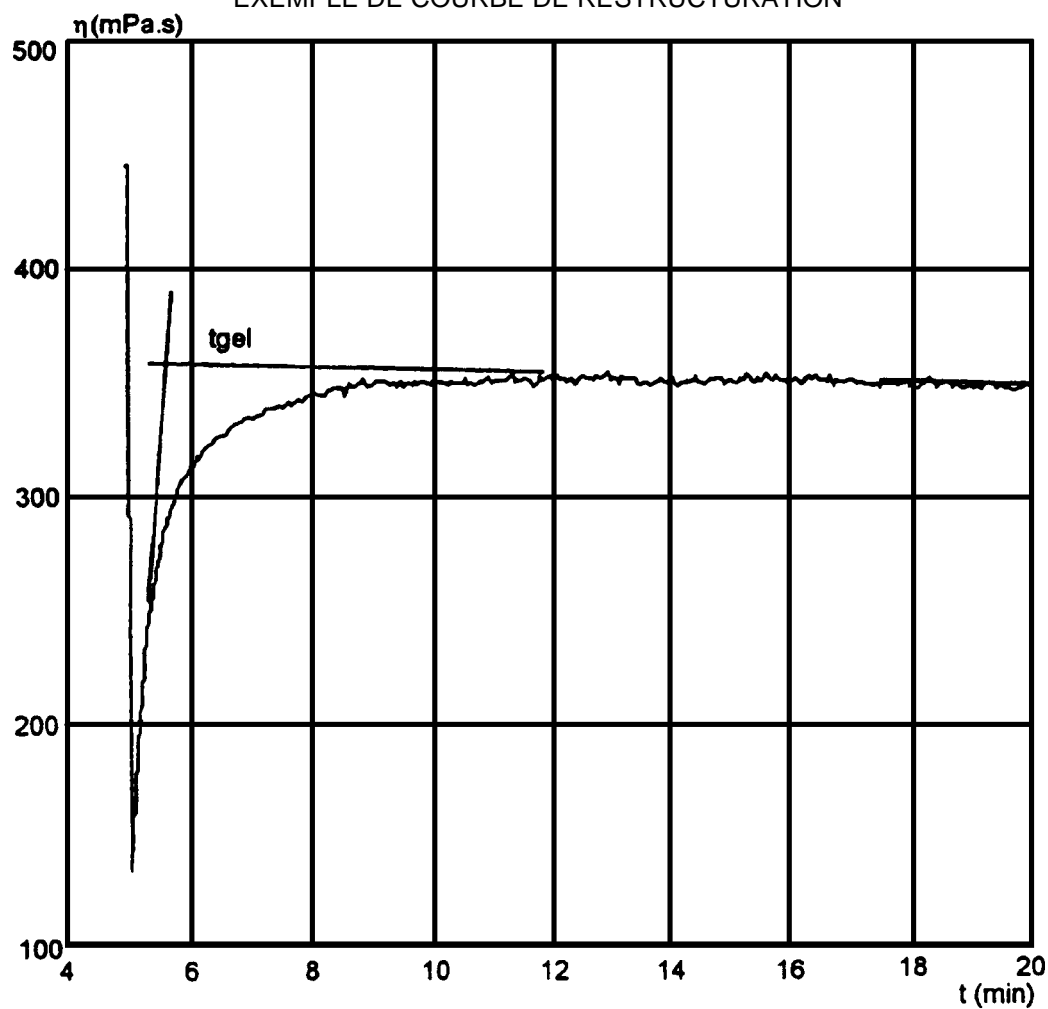
## 4.PROCES-VERBAL D'ESSAI

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

- la référence de la présente méthode,
- la référence du produit à analyser et le nom du fournisseur,
- le procédé utilisé (A ou B),
- la désignation du système de mesure utilisé,
- les traitements éventuels subis par l'échantillon avant l'essai, (procédé A),
- la température de l'essai (procédé B),
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

## Annexe 1

EXEMPLE DE COURBE DE RESTRUCTURATION



HAAKE

Opérateur :

Substance :

N° du test :

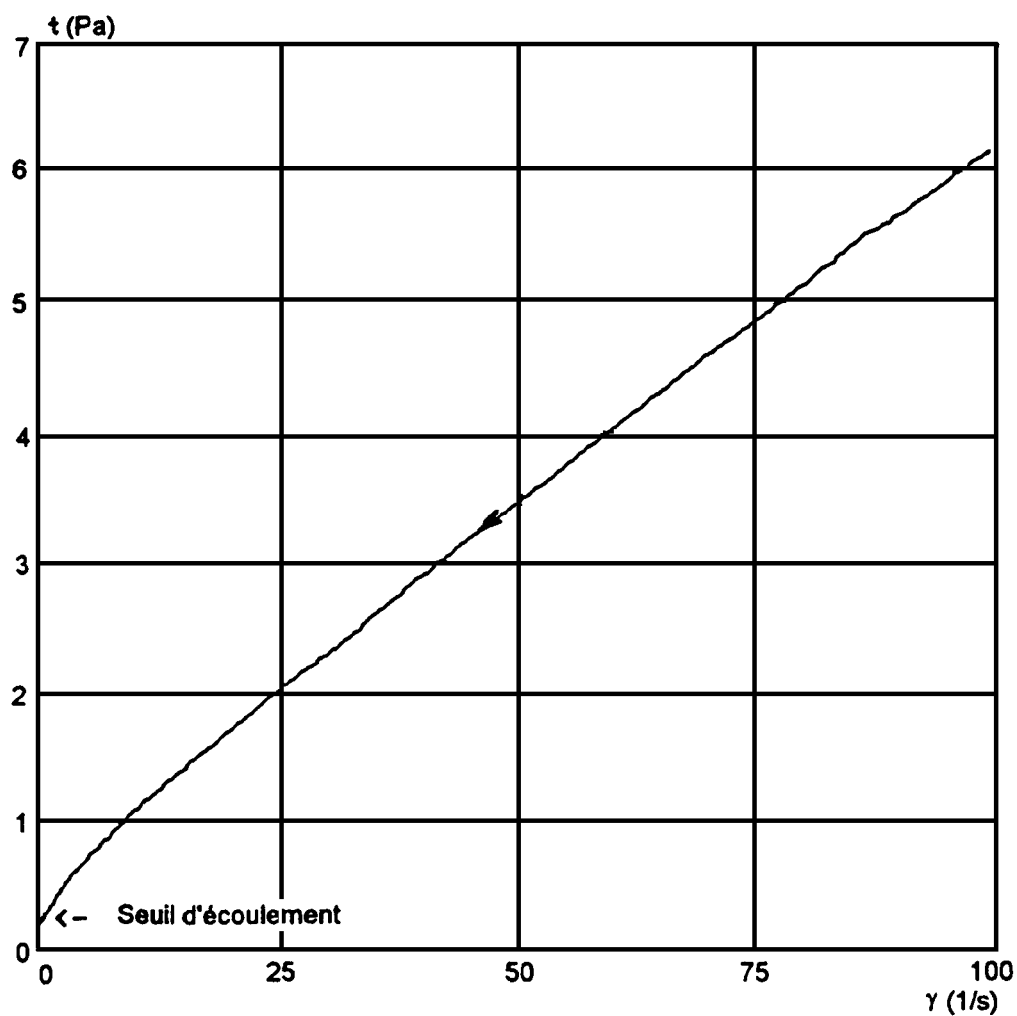
Mesure de :

Système de mesure :

Température :

## Annexe 2

EXEMPLE DE COURBE D'ECOULEMENT



HAAKE

Opérateur :

Substance :

N° du test :

Mesure de :

Système de mesure :

Température :

## 5.HISTORIQUE ET DOCUMENT CITES

### 5.1.HISTORIQUE

#### 5.1.1.CREATION

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

#### 5.1.2.OBJET DE LA MODIFICATION

- A: 15/11/1996 - REPRISE SOUS IDEM.
- B: 22/04/1997 - REFONTE COMPLETE SUITE AU RAJOUT DU PROCEDE B.

### 5.2.DOCUMENTS CITES

#### 5.2.1.DOCUMENTS PSA

##### 5.2.1.1.Normes

##### 5.2.1.2.Autres

#### 5.2.2.DOCUMENTS EXTERIEURS

### 5.3.EQUIVALENT A :

### 5.4.CONFORME A :

### 5.5.MOTS CLEFS