

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 ≥ 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 s^{-1} . Cette courbe permet de calculer :
 - la viscosité η_{100} en mPa.s pour un gradient de vitesse de 100 s^{-1} ,
 - le seuil d'écoulement σ 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 η_1 en mPa.s pour un gradient de vitesse de 1 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 σ .
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^{ème} et le 9^{ème} 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 μ M DESSECHANT POUR AIR COMPRIME.

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

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

- la vitesse initiale de restructuration **Vgel**, exprimée en millipascals-seconde par seconde (mPa.s/s) calculée par régression linéaire entre les 4^{ème} et 9^{ème} points d'acquisition,
- la viscosité à 1 s^{-1} η_1 , exprimée en millipascals-seconde (mPa.s), calculée par régression linéaire entre 14 et 15 minutes d'acquisition,
- temps de restructuration de gel **tgel**, 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 " γ " et enregistrer la contrainte de cisaillement " τ " qui en résulte. La viscosité dynamique apparente $\eta_{(D)}$ est calculée par le rapport τ/γ .

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

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 $\eta = 34 \text{ mPa.s}$ à 25°C .

3.2.7. HUILE ETALON

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

3.2.8. HUILE ETALON

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

3.2.9. SOLVANT DE NETTOYAGE

Compatible avec le produit à essayer.