

---

---

**Plastiques — Détermination de la viscosité  
des polymères en solution diluée à l'aide  
de viscosimètres à capillaires —**

**Partie 4:**

**Matériaux polycarbonates (PC) pour moulage  
et extrusion**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Plastics — Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using  
capillary viscometers —*

*ISO 1628-4:1999  
Part 4: Polycarbonate (PC) moulding and extrusion materials*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ce522e-793f-483c-a44f-3332e43cf014/iso-1628-4-1999>



## 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 1628-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1628-4:1986), dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 1628 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide de viscosimètres à capillaires*:

- *Partie 1: Principaux généraux*
- *Partie 2: Résines de poly(chlorure de vinyle)*
- *Partie 3: Polyéthylènes et polypropylènes*
- *Partie 4: Matériaux polycarbonates (PC) pour moulage et extrusion*
- *Partie 5: Homopolymères et copolymères de polyesters thermoplastiques (TP)*
- *Partie 6: Polymères de méthacrylate de méthyle*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 1628.

© ISO 1999

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  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

# Plastiques — Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide de viscosimètres à capillaires —

## Partie 4:

### Matériaux polycarbonates (PC) pour moulage et extrusion

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 décrit les conditions nécessaires pour déterminer l'indice de viscosité (également appelée «viscosité réduite») et la viscosité relative du polycarbonate en solution diluée.

Elle peut être utilisée pour le polycarbonate pur et pour les mélanges d'autres polymères ou encore pour les mélanges des deux types de plastiques, chargés ou non, tels que définis dans l'ISO 7391-1.

#### 2 Références normatives

ISO 1628-4:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ee522e-793f-483c-a44f-3332e43cf014/iso-1628-4-1999>

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 1628. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 1628 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 1628-1:1998, *Plastiques — Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide de viscosimètres capillaires — Partie 1: Principes généraux.*

ISO 3105:1994, *Viscosimètres à capillaires, en verre, pour viscosité cinématique — Spécifications et mode d'emploi.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

ISO 7391-1:1996, *Plastiques — Matériaux polycarbonates (PC) pour moulage et extrusion — Partie 1: Système de désignation et base de spécification.*

ISO 7391-2:1996, *Plastiques — Matériaux polycarbonates (PC) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés.*

### 3 Définitions et unités

L'indice de viscosité, IV, est défini par

$$\begin{aligned} IV &= \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c} \\ &= \frac{v\rho - v_0\rho_0}{v_0\rho_0 c} \\ &= \frac{v \frac{\rho}{\rho_0} - v_0}{v_0 c} \\ &= \frac{v - v_0}{v_0 c} \end{aligned}$$

où

$\eta$  est la viscosité dynamique de la solution, en Pa·s;

$\eta_0$  est la viscosité dynamique du solvant, en Pa·s;

$\rho$  est la masse volumique de la solution, en kg·m<sup>-3</sup>;

$\rho_0$  est la masse volumique du solvant, en kg·m<sup>-3</sup>;

$v = \frac{\eta}{\rho}$  est la viscosité cinématique de la solution, en m<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>;

$v_0 = \frac{\eta_0}{\rho_0}$  est la viscosité cinématique du solvant, en m<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>;

$c$  est la concentration de la solution, en g·ml<sup>-1</sup>.

Les dimensions de IV sont données en ml·g<sup>-1</sup>.

En raison de la faible différence entre les masses volumiques de la solution  $\rho_0$  et du solvant  $\rho$ ,  $\eta$  peut être remplacé par  $v$  dans la formule de calcul de la viscosité réduite.

La viscosité relative de la solution  $\eta_{rel}$  est définie par

$$\eta_{rel} = \frac{v}{v_0}$$

où

$v = \frac{\eta}{\rho}$  est la viscosité cinématique de la solution, en m<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>;

$v_0 = \frac{\eta_0}{\rho_0}$  est la viscosité cinématique du solvant, en m<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>.

La viscosité relative est une grandeur de dimension un.

## 4 Principe (voir aussi ISO 1628-1:1998, article 4)

La viscosité cinématique  $\nu$  est calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} = k(t - \Delta t)$$

où

- $k$  est la constante du viscosimètre, en  $\text{ml}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ ;
- $t$  est le temps d'écoulement, en s;
- $\Delta t$  est la correction d'énergie cinétique, en s;
- $\rho$  est la masse volumique de la solution, en  $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ .

NOTE Contrairement aux instructions de l'article 4 de l'ISO 1628-1:1998, la correction d'énergie cinétique ne peut être négligée que si elle ne dépasse pas 0,2 % du temps d'écoulement  $t$ .

## 5 Appareillage (voir aussi ISO 1628-1:1998, article 5)

### 5.1 Viscosimètre:

- a) viscosimètre capillaire de Ubbelohde (modèle 0C), à capillaire de 0,36 mm de diamètre et réservoir de 2 ml de capacité, conformément à l'ISO 3105;
- b) autres viscosimètres cités dans l'ISO 3105 dans la mesure où ils donnent les mêmes valeurs que le viscosimètre ci-dessus; [ISO 1628-4:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ee522e-793f-483c-a44f-11d1-400000000000/iso-1628-4-1999)
- c) si l'on utilise des viscosimètres automatiques à compte-temps automatique approprié (voir 5.2), des résultats identiques sont obtenus même si le capillaire a un plus grand diamètre (par exemple 0,58 mm) (voir ISO 1628-1:1998, tableau 1), ce qui signifie que d'autres capillaires peuvent être utilisés avec ce type d'appareil.

En cas de doute, un viscosimètre conforme au point a) doit être utilisé.

Le viscosimètre doit être étalonné selon la méthode décrite dans l'annexe A.

**5.2 Chronomètre**, ayant une sensibilité de 0,1 s et une exactitude de  $\pm 0,1$  % sur une période de 15 min, sauf si l'on utilise des viscosimètres automatiques à capillaire plus gros [voir 5.1, point c)] pour lesquels le chronomètre doit avoir une sensibilité de 0,01 s et une exactitude de  $\pm 0,1$  % sur une période de 15 min.

**5.3 Bain thermostaté**, réglé à 25 °C.

Les fluctuations de température ne doivent pas dépasser  $\pm 0,1$  °C.

**5.4 Fioles jaugées**, de 100 ml de capacité à la température d'étalonnage, munies de bouchons en verre rodé ou en plastique assurant une étanchéité à l'air.

**5.5 Balance analytique**, précise à 0,1 mg.

**5.6 Étuve de séchage**, réglée à 110 °C.

**5.7 Boîtes de Petri**.

**5.8 Creuset filtrant**, en verre fritté de classe de porosité P 1,6 (voir ISO 4793).

**5.9 Creuset filtrant**, en verre fritté de classe de porosité P 4 (voir ISO 4793).

**5.10 Auxiliaire de filtration**, par exemple kieselguhr ou terre de diatomées.

**5.11 Secoueuse**.

**5.12 Centrifugeuse de laboratoire**.

## 6 Solvant et préparation de la solution (voir aussi ISO 1628-1:1998, article 6)

### 6.1 Solvant

Dichlorométhane, de qualité analytique reconnue, ou équivalent.

### 6.2 Échantillonnage

Réaliser l'échantillonnage de sorte que l'échantillon prélevé soit représentatif de la totalité du matériau.

### 6.3 Concentration de la solution

La concentration de polycarbonate doit être de 5 g/l.

### 6.4 Préparation de la solution d'essai

#### 6.4.1 Échantillons non renforcés contenant peu ou pas de pigment ou d'additif

Peser, à 0,1 mg près à l'aide de la balance analytique (5.5), 500 mg du matériau à essayer dans une fiole jaugée de 100 ml (5.4). Ajouter environ 70 ml de dichlorométhane (6.1), puis placer l'échantillon sur la secoueuse (5.11) jusqu'à dissolution complète. Remplir la fiole jusqu'au trait de jauge, avec du dichlorométhane à la température d'étalonnage et agiter de nouveau pour homogénéiser la solution.

Si l'essai porte sur des matériaux contenant de petites quantités de pigments et/ou d'additifs (voir ci-dessous), augmenter la masse de l'échantillon en proportion de la quantité de pigments ou d'additifs afin que la concentration résultante de polycarbonate pur atteigne 5 g/l.

NOTE 1 Cette correction est nécessaire si la teneur en pigments et/ou en additifs est supérieure à 1 %. Les colorants, pigments et/ou additifs solubles de concentration inférieure à 1 % n'affecteront pas les résultats de mesure.

NOTE 2 Les fortes concentrations de pigments/additifs ou les colorants intenses (empêchant la détection optique par les cellules photoélectriques) affectent les mesures si fortement que ces composants doivent être éliminés de la solution d'essai à l'aide d'un auxiliaire de filtration (5.10) ou de la centrifugeuse (5.12). Les indications de 6.4.2 sont applicables au traitement de l'échantillon dans ce cas.

NOTE 3 Si l'on utilise un viscosimètre automatique à commande assistée par ordinateur [voir 5.1, point c)], la quantité de polymère pesée pourra différer de la valeur fixée d'une valeur pouvant aller jusqu'à 10 % si l'on tient compte de façon appropriée de la concentration de polymère, laquelle diffèrera aussi de la valeur fixée, lors du calcul du résultat [voir article A.3, point c)].

#### 6.4.2 Échantillons renforcés de fibres de verre et/ou échantillons à forte teneur en pigments/additifs

Peser, dans une fiole jaugée de 100 ml (5.4), environ 5 g du matériau à essayer. Ajouter environ 70 ml de dichlorométhane, puis placer l'échantillon sur la secoueuse jusqu'à dissolution complète. Il est possible de broyer l'échantillon par voie mécanique avant cette opération pour accélérer la dissolution.

Après décantation des composants insolubles (fibres de verre, pigments, etc.), filtrer la solution à travers le creuset filtrant (5.9) dans des boîtes de Petri (5.7). Placer les boîtes de Petri dans l'étuve de séchage (5.6) réglée à 110 °C pour obtenir l'évaporation du dichlorométhane. Le film restant est laissé dans l'étuve jusqu'à ce qu'il atteigne une masse constante (1 h à 10 h en fonction de l'épaisseur du film). Préparer une solution à partir du film séché conformément au mode opératoire décrit en 6.4.1.

## 7 Température de mesurage

La température de mesurage doit être de  $25 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$ .

## 8 Mode opératoire (voir aussi article 3 et ISO 1628-1:1998, article 8)

Verser le solvant pur dans le viscosimètre (5.1) à travers le creuset filtrant de classe de porosité P 1,6 (5.8).

Déterminer le temps d'écoulement du solvant pour trois à cinq passages à la température de  $25 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$ . Les mesures individuelles ne doivent pas différer de leur moyenne de plus de 0,2 %.

Répéter les mêmes opérations sur la solution d'essai.

## 9 Calcul des résultats (voir aussi ISO 1628-1:1998, article 9)

Calculer l'indice de viscosité, exprimé en ml/g, à l'aide

a) de la méthode décrite dans l'article A.3;

ou

b) de l'équation suivante:

$$IV = \frac{1}{c} \left( \frac{v}{v_0} - 1 \right)$$

$$= \frac{1}{c} \left( \frac{t - \Delta t}{t_0 - \Delta t_0} - 1 \right)$$

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

ISO 1628-4:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ee522e-793f-483c-a44f-3332e43cf014/iso-1628-4-1999>

où

$v$  est la viscosité cinématique de la solution, en  $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ;

$v_0$  est la viscosité cinématique du solvant, en  $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ;

$t$  est la moyenne arithmétique du temps d'écoulement de la solution, en s;

$t_0$  est la moyenne arithmétique du temps d'écoulement du solvant, en s;

$c$  est la concentration de la solution en  $\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ;

$\Delta t$  est la correction d'énergie cinétique de  $t$ , à fournir par le fabricant de capillaire, en s;

$\Delta t_0$  est la correction d'énergie cinétique de  $t_0$ , à fournir par le fabricant de capillaire, en s.

NOTE Cette équation est conforme à la relation définie dans l'ISO 1628-1 mais tient compte en plus de la correction d'énergie cinétique. Cette correction est nécessaire pour obtenir des résultats exacts avec les capillaires prescrits.

L'équation (12) donnée dans l'ISO 1628-1:1998, qui, en remplaçant le symbole  $I$  par  $IV$ , donne

$$IV = \frac{t - t_0}{t_0 c}$$

peut être utilisée avec une précision suffisante si le viscosimètre utilisé a un capillaire suffisamment fin, car la correction d'énergie cinétique correspond alors à moins de 0,2 % du temps d'écoulement.

Calculer la viscosité relative de la solution  $\eta_{\text{rel}}$  (sans dimension) à l'aide de l'équation

$$\eta_{\text{rel}} = \frac{v}{v_0}$$
$$= \frac{t - \Delta t}{t_0 - \Delta t_0}$$

où

$v$  est la viscosité cinématique de la solution, en  $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ;

$v_0$  est la viscosité cinématique du solvant, en  $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ;

$t$  est la moyenne arithmétique du temps d'écoulement de la solution, en s;

$t_0$  est la moyenne arithmétique du temps d'écoulement du solvant, en s;

$\Delta t$  est la correction d'énergie cinétique de  $t$ , à fournir par le fabricant du capillaire, en s;

$\Delta t_0$  est la correction d'énergie cinétique de  $t_0$ , à fournir par le fabricant du capillaire, en s.

Les articles A.1 et A.2 décrivent comment déterminer les corrections  $\Delta t$  et  $\Delta t_0$ .

## 10 Rapport d'essai

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

La documentation (certificat d'essai) est décrite dans l'ISO 1628-1:1998, article 10.

[ISO 1628-4:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ee522e-793f-483c-a44f-3332e43cf014/iso-1628-4-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3ee522e-793f-483c-a44f-3332e43cf014/iso-1628-4-1999>



## Annexe A (normative)

### Méthodes d'étalonnage des instruments

#### A.1 Vérification de l'exactitude du viscosimètre

L'expérience montre que le haut degré d'exactitude nécessaire pour la détermination de l'indice de viscosité des solutions de polycarbonate ne peut pas toujours être atteint avec les viscosimètres de Ubbelohde disponibles dans le commerce. Cela est dû aux petites irrégularités des capillaires. Il est donc nécessaire de vérifier l'exactitude des capillaires à l'aide de matériaux de référence convenables. Trois possibilités s'offrent dans ce cas:

##### a) Utilisation de liquides d'étalonnage de viscosité cinématique connue

Les matériaux suivants sont recommandés<sup>1)</sup>:

- |   |  |   |
|---|--|---|
| 0 | Dichlorométhane (de qualité analytique reconnue):    | $v_{0, 25,00\text{ °C}} = 0,314\ 2\ \text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$<br>$\rho_{0, 25,00\text{ °C}} = 1,316\ 3\ \text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ |
| 1 | Trichloréthylène (de qualité analytique reconnue):   | $v_{0, 25,00\text{ °C}} = 0,369\ 3\ \text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$<br>$\rho_{0, 25,00\text{ °C}} = 1,455\ 5\ \text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ |
| 2 | Tétrachloréthylène (de qualité analytique reconnue): | $v_{0, 25,00\text{ °C}} = 0,525\ 7\ \text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$<br>$\rho_{0, 25,00\text{ °C}} = 1,614\ 4\ \text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ |

Pour effectuer la vérification, on détermine le temps d'écoulement des trois liquides, sans tenir compte de la correction de temps, pour trois à cinq passages dans les conditions normales à  $25\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$ . Les conditions de répétabilité de l'article 8 requises pour les diverses mesures s'appliquent également dans ce cas.

Les viscosités relatives sont calculées à l'aide des équations données dans l'article 9, comme suit:

$$\frac{v_1}{v_0} = \frac{t_1 - \Delta t_1}{t_0 - \Delta t_0}$$

ou

$$\frac{v_2}{v_0} = \frac{t_2 - \Delta t_2}{t_0 - \Delta t_0}$$

Les valeurs obtenues expérimentalement sont comparées aux valeurs vraies:

$$\frac{v_1}{v_0} = 1,175$$

ou

$$\frac{v_2}{v_0} = 1,673$$

L'écart doit être inférieur à 0,4 % dans tous les cas pour que les mesures soient fiables.

<sup>1)</sup> Bauer, H., et Meerlender, G., Newtonian reference materials with  $n < 1\ \text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$  and their application in extending the range of capillary viscometers, *Rheol. Acta* **21** (1982), pp. 499-501.