

---

---

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

**Partie 5:**

Homopolymères et copolymères des  
polyesters thermoplastiques (TP)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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

*Part 5: Thermoplastic polyester (TP) homopolymers and copolymers*  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/874e79e8-e2a6-43b0-a359-23aa543e2ec1/iso-1628-5-1998>



## 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 1628-5 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 1628-5:1986), 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: Principes généraux*
- *Partie 2: Résines de poly(chlorure de vinyle)*
- *Partie 3: Polyéthylènes et polypropylènes*
- *Partie 4: Matériaux à mouler et à extruder à base de polycarbonate (PC)*
- *Partie 5: Homopolymères et copolymères des polyesters thermoplastiques (TP)*

© ISO 1998

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 central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

— *Partie 6: Polymères de méthacrylate de méthyle*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 1628 est donnée uniquement à titre d'information.

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

ISO 1628-5:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/874e79e8-e2a6-43b0-a359-23aa543e2ec1/iso-1628-5-1998>

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

ISO 1628-5:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/874e79e8-e2a6-43b0-a359-23aa543e2ec1/iso-1628-5-1998>

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

## Partie 5:

### Homopolymères et copolymères des polyesters thermoplastiques (TP)

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 prescrit une méthode pour la détermination de l'indice de viscosité (également appelé «viscosité réduite») des polyesters thermoplastiques (TP) lorsqu'ils sont mis en solution diluée dans certains solvants. La méthode est applicable au polyéthylène téréphtalate (PET), polybutylène téréphtalate (PBT), polycyclohexylènediméthylène téréphtalate (PCT), et polyéthylène naphtalate (PEN), ainsi qu'aux copolyesters et autres polyesters définis dans l'ISO 7792-1 qui sont solubles dans l'un des solvants spécifiés dans les conditions prescrites.

L'indice de viscosité est déterminé selon la méthode générale spécifiée dans l'ISO 1628-1 en respectant les conditions particulières prescrites dans l'ISO 1628-5.

La détermination de l'indice de viscosité d'un polyester thermoplastique donne une mesure de la masse moléculaire relative du polymère.

#### 2 Références normatives

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:—<sup>1)</sup>, *Plastiques — Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide de viscosimètres à capillaires — Partie 1: Principes généraux.*

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

ISO 3451-2:1984, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 2: Polyalkylène téréphtalates.*

ISO 7792-1:1997, *Plastiques — Polyesters thermoplastiques (TP) pour moulage et extrusion — Partie 1: Système de désignation et base de spécification.*

1) À publier. (Révision de l'ISO 1628-1:1984)

### 3 Principe

Mesurage du temps d'écoulement d'un solvant et d'une solution de résine dans ledit solvant à la concentration de 0,005 g/ml, à 25 °C, selon des méthodes conventionnelles; calcul de l'indice de viscosité à partir des valeurs de mesure obtenues et de la concentration connue de la solution. Avec cette méthode, les corrections sur l'énergie cinétique et celles dues à des différences de masse volumique sont peu élevées et ne sont donc pas appliquées.

### 4 Solvants

**AVERTISSEMENT — Les solvants sont des produits dangereux. Éviter tout contact avec la peau et ne pas respirer les vapeurs.**

#### 4.1 Phénol/dichloro-1,2 benzène

Peser 1 partie en masse de phénol (de qualité analytique) et dissoudre dans 1 partie en masse de dichloro-1,2 benzène (de qualité analytique). Effectuer les pesées avec une précision de 1 % ou meilleure.

#### 4.2 Phénol/tétrachloro-1,1,2,2 éthane

Peser 6 parties en masse de phénol (de qualité analytique) et dissoudre dans 4 parties en masse de tétrachloro-1,1,2,2 éthane (de qualité analytique) ou peser 1 partie en masse de phénol et dissoudre dans 1 partie en masse de tétrachloro-1,1,2,2 éthane. Effectuer les pesées avec une précision de 1 % ou meilleure.

#### 4.3 *o*-Chlorophénol

ISO 1628-5:1998  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/874e79e8-e2a6-43b0-a359-23aa543e2ec1/iso-1628-5-1998>

Ce produit doit être de qualité analytique.

#### 4.4 *m*-Crésol

Ce produit doit répondre aux spécifications suivantes:

- aspect: limpide et incolore;
- teneur en *m*-crésol: 99 % (*m/m*) min.;
- teneur en *o*-crésol: 0,3 % (*m/m*) max.;
- teneur en eau: 0,1 % (*m/m*) max.

NOTE — Un solvant de la pureté requise peut être obtenu par distillation de *m*-crésol chimiquement pur, de préférence sous vide, la compensation de pression étant faite avec de l'azote de façon à éviter toute oxydation. La pureté du solvant peut être contrôlée par chromatographie en phase gazeuse.

#### 4.5 Acide dichloroacétique

Ce produit doit être de qualité analytique.

#### 4.6 Phénol/trichloro-2,4,6 phénol

Peser 6 parties en masse de phénol (de qualité analytique) et dissoudre dans 4 parties en masse de trichlorophénol (de pureté analytique).

NOTE — Du trichloro-2,4,6 phénol de la pureté requise peut être obtenu par distillation de trichloro-2,4,6 phénol chimiquement pur.

#### 4.7 Stockage des solvants

Protéger les solvants de la lumière en les stockant, par exemple, dans des flacons en verre brun munis de bouchons rodés.

### 5 Appareillage

5.1 **Broyeur**, pour réduire l'échantillon en particules d'environ 0,5 mm.

5.2 **Fiole jaugée**, de 100 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.

5.3 **Fiole conique**, de 150 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.

5.4 **Burette**, graduée tous les 0,1 ml.

5.5 **Bain-marie**, ou tout autre moyen permettant de chauffer le contenu d'une fiole jusqu'à 90 °C - 100 °C.

5.6 **Bain d'huile**, réglable à 135 °C - 140 °C, ou tout autre moyen permettant de porter le contenu d'une fiole à ce domaine de température.

5.7 **Agitateur magnétique**, ou autre équipement permettant d'agiter en continu le contenu d'une fiole bouchée.

5.8 **Bain thermostatique**, réglable à 25 °C ± 0,05 °C.

5.9 **Viscosimètre**, à niveau suspendu de type Ubbelohde, modèle n° 1B, 1C ou 2, conforme à l'ISO 3105.

D'autres types de viscosimètres (parmi ceux énumérés dans l'ISO 3105) peuvent être utilisés à condition qu'ils permettent d'obtenir des résultats équivalents à ceux obtenus avec les viscosimètres d'Ubbelohde spécifiés ci-dessus. Cependant, en cas de litige, des viscosimètres d'Ubbelohde doivent être utilisés.

5.10 **Tamis**, en acier inoxydable, ayant une ouverture de maille nominale comprise entre 63 µm et 90 µm, ou entonnoir filtrant en verre fritté de porosité comprise entre 40 µm et 100 µm.

**5.11 Balance analytique**, ayant une précision de 0,1 mg.

**5.12 Chronomètre**, ayant une précision de 0,1 s.

**5.13 Étuve à vide pour séchage**, réglable à environ 130 °C sous vide.

## 6 Solvant et solution

### 6.1 Choix du solvant

**6.1.1** La valeur de l'indice de viscosité d'un polyester saturé dépend du solvant utilisé. Six solvants différents sont décrits dans la présente partie de l'ISO 1628: le phénol/dichloro-1,2 benzène (4.1), le phénol/tétrachloro-1,1,2,2 éthane (4.2), l'*o*-chlorophénol (4.3), le *m*-crésol (4.4), l'acide dichloroacétique (4.5) et le phénol/trichloro-2,4,6 phénol (4.6).

Déterminer les temps d'écoulement des solvants au moins une fois par jour d'utilisation (voir 7.2). Si le temps d'écoulement d'un solvant diffère de plus de 1 % de la valeur initiale au moment de la préparation, rejeter le solvant en question et en préparer un autre.

Le(s) solvant(s) à utiliser pour un polyester thermoplastique donné sont spécifiés ci-après.

(standards.iteh.ai)

**6.1.2** Pour le PET, il faut utiliser comme solvant du phénol/dichloro-1,2 benzène (50/50), du phénol/tétrachloro-1,1,2,2 éthane (50/50 ou 60/40), de l'*o*-chlorophénol ou de l'acide dichloroacétique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/874e79e8-e2a6-43b0-a359->

NOTE — Des équations permettant d'interchanger les indices de viscosité obtenus dans ces quatre solvants sont données dans l'annexe A, paragraphe A.3.1.

**6.1.3** Pour le PBT et les copolyesters correspondants, il faut utiliser comme solvant du phénol/tétrachloro-1,1,2,2 éthane (50/50 ou 60/40), de l'*o*-chlorophénol, du *m*-crésol, du phénol/dichloro-1,2 benzène (50/50) ou de l'acide dichloroacétique.

NOTE — Des équations permettant d'interchanger les indices de viscosité obtenus dans ces quatre solvants sont données dans l'annexe A, paragraphe A.3.2.

**6.1.4** Pour le PCT, il faut utiliser du phénol/tétrachloro-1,1,2,2 éthane (60/40) comme solvant.

**6.1.5** Pour le PEN amorphe, il faut utiliser du phénol/tétrachloro-1,1,2,2 éthane (60/40) comme solvant et, pour le PEN cristallin, il faut utiliser du phénol/trichloro-2,4,6 phénol (60/40) comme solvant.

**6.1.6** Pour les autres homopolymères et copolymères de TP, il est recommandé d'utiliser du *m*-crésol comme solvant.

### 6.2 Détermination de la teneur en matériaux inorganiques ou autres additifs dans l'échantillon

Les teneurs en matériaux inorganiques ou autres additifs dépassant chacune 0,5 % (*m/m*) doivent être prises en compte lors de la préparation de la solution d'essai (6.4).



### 6.2.1 Détermination de la teneur en matériaux inorganiques

Si l'échantillon contient des matériaux inorganiques tels que des charges ou des fibres de verre, en déterminer la teneur conformément à l'ISO 3451-2.

### 6.2.2 Détermination de la teneur en autres additifs

Si l'échantillon contient d'autres additifs, tels que des polyalcènes ou des retardateurs de flamme, en déterminer la teneur de façon appropriée. Consigner le(s) mode(s) opératoire(s) suivi(s).

NOTE — Lorsque le polyester est une composition comprenant plusieurs constituants (ignifugeants, charges, antioxydants, modifiants choc), l'analyse de la teneur du polyester est plus spécifique. Elle peut être effectuée par hydrolyse du polyester et par une analyse ultérieure du (des) monomère(s).

### 6.3 Échantillon

L'échantillon doit être représentatif du matériau à soumettre à l'essai. Sécher préalablement l'échantillon à 120 °C sous vide pendant 3 h pour éviter une chute de l'indice de viscosité due à une hydrolyse par l'eau résiduelle.

### 6.4 Préparation des solutions

Appliquer l'un des modes opératoires suivants:

iTeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### 6.4.1 Mode opératoire A

Peser, à 0,2 mg près, une prise d'essai,  $m_1$ , en grammes, située dans l'intervalle

$$\frac{0,5}{1 - [(i + o) / 100]} \pm 0,01 \text{ grammes}$$

où

- $i$  est la teneur en matériaux inorganiques, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon, déterminée conformément à 6.2.1;
- $o$  est la teneur en autres additifs, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon, déterminée conformément à 6.2.2.

Les corrections sur  $i$  et  $o$  n'ont besoin d'être appliquées que si ces teneurs dépassent chacune 0,5 % ( $m/m$ ).

Transférer la prise d'essai dans la fiole jaugée (5.2), ajouter 60 ml de solvant, boucher la fiole et la chauffer au bain-marie (5.5) en agitant occasionnellement jusqu'à dissolution complète du polymère. Dans le bain-marie, il ne se produit pas de dégradation du polymère. Si, pour d'autres raisons, de longues durées de séjour sont indésirables, il est possible d'accélérer la dissolution par une agitation continue, par exemple au moyen de l'agitateur magnétique (5.7).

Les échantillons de polyéthylène téréphtalate fortement cristallin, tels que les granulés post-condensés pour moulage, dont le taux de cristallinité peut atteindre environ 65 %, ne se dissolvent pas au bain-marie, même sous agitation continue. Pour dissoudre ces échantillons, il faut broyer le matériau avec le broyeur (5.1) et le dissoudre au bain d'huile (5.6) réglé à une température de 135 °C à 140 °C sous