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

**Partie 2:
Résines de poly(chlorure de vinyle)**

iTeh STANDARD PREVIEW

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

Part 2: Poly(vinyl chloride) resins

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-
f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998)



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 1628-2 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 1628-2:1988), laquelle a été modifiée de façon à inclure

- la détermination de la valeur K ;
- une limite de la teneur en substances volatiles des résines pouvant être soumises à essai conformément à la présente partie de l'ISO 1628;
- des spécifications modifiées pour les viscosimètres;
- un viscosimètre de référence;
- une déclaration de fidélité.

© 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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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 polycarbonates (PC) pour moulage et extrusion*
- *Partie 5: Homopolymères et copolymères de polyesters thermo-plastiques*
- *Partie 6: Polymères de méthacrylate de méthyle*

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1628-2:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1628-2:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998>

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

Partie 2: Résines de poly(chlorure de vinyle)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 décrit les conditions particulières nécessaires à la détermination de la viscosité réduite (également appelée «indice de viscosité») et de la valeur K des résines PVC. Elle s'applique aux résines sous forme de poudres composées d'homopolymères de chlorure de vinyle monomère et de copolymères ou terpolymères etc. de chlorure de vinyle combiné à un ou plusieurs autres monomères, le chlorure de vinyle étant toutefois le principal constituant. Ces résines peuvent contenir de petites quantités de substances non polymérisées (telles qu'émulsifiants ou agents de suspension, résidus de catalyseurs etc.) ainsi que d'autres substances ajoutées au cours de la polymérisation. Cependant, la présente partie de l'ISO 1628 ne s'applique pas aux résines dont la teneur en substances volatiles est supérieure à $0,5\% \pm 0,1\%$, la détermination ayant été effectuée conformément à l'ISO 1269. Elle ne s'applique pas non plus aux résines qui ne sont pas entièrement solubles dans la cyclohexanone.

La viscosité réduite et la valeur K d'une résine donnée sont liés à la masse moléculaire de cette dernière, mais cette relation varie suivant la concentration et le type de l'autre (des autres) monomère(s) également présent(s). De ce fait, il se peut que des homopolymères et des copolymères ayant la même viscosité réduite ou présentant la même valeur K , n'aient pas la même masse moléculaire.

Les valeurs déterminées de la viscosité réduite et de la valeur K , pour un échantillon particulier de résine PVC, sont influencées différemment par la concentration de la solution choisie pour effectuer les déterminations. Ainsi, l'utilisation de modes opératoires décrits dans la présente partie de l'ISO 1628 donnera des valeurs uniquement pour la viscosité réduite et la valeur K comparables lorsque les concentrations des solutions utilisées sont identiques.

L'indice limite de viscosité n'est pas utilisé dans le cas des résines PVC.

Les modes opératoires d'essai décrits dans la présente partie de l'ISO 1628 peuvent également être utilisés pour caractériser la fraction polymérique obtenue au cours de l'analyse chimique d'une composition PVC. Cependant, il est improbable que les valeurs de la viscosité réduite ou de K , obtenues par calcul dans ces conditions, indiquent les valeurs réelles qui caractérisent la résine utilisée pour obtenir ladite composition, étant donné le caractère impur de la fraction polymérique récupérée.

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 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1269:1980, *Plastiques — Résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle — Détermination des matières volatiles (y compris l'eau).*

ISO 1628-1:1998, *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 mode d'emploi.*

3 Définitions

Les termes utilisés dans la présente partie de l'ISO 1628 sont définis dans l'ISO 1628-1:1998, article 3, et en particulier, 3.3.3 (viscosité réduite) et 3.3.6 (valeur K).

4 Principe

Une prise d'essai est mise en solution dans un solvant. La viscosité réduite et la valeur K sont calculées en comparant les temps d'écoulement du solvant et de la solution dans un viscosimètre à tube capillaire.

5 Solvant

ISO 1628-2:1998

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-5c7f12d5674/iso-1628-2-1998)

5.1 Cyclohexanone, ayant un rapport viscosité/masse volumique (viscosité cinématique) compris entre $2,06 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et $2,33 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ($2,06 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et $2,33 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) à 25 °C. Le point d'ébullition spécifié doit être de 155 °C. Conserver le solvant à l'obscurité dans un flacon teinté et muni d'un bouchon en verre rodé. Vérifier la viscosité cinématique avant utilisation.

6 Appareillage

L'appareillage nécessaire au mesurage de la viscosité sur les polymères en solution diluée est décrit dans l'ISO 1628-1:1998, article 5. Les éléments énumérés ci-après sont, en outre, nécessaires pour pouvoir appliquer les modes opératoires décrits dans la présente partie de l'ISO 1628.

6.1 Viscosimètre: Parmi les viscosimètres décrits en 5.1 de l'ISO 1628-1:1998, le modèle 1C, ayant un diamètre capillaire de $0,77 \text{ mm} \pm 2 \%$, défini dans le tableau B.4 de l'ISO 3105:1994, doit être utilisé comme viscosimètre de référence.

Il est permis d'utiliser d'autres viscosimètres décrits dans l'ISO 1628-1, sous réserve que la corrélation entre le viscosimètre choisi et le viscosimètre de référence ait été établie dans la plage de viscosités réduites et de valeurs K à mesurer, et que les résultats soient corrigés en conséquence.

6.2 Ballon à dilution, c'est-à-dire une fiole jaugée à un trait, de classe A, tel que spécifié dans l'ISO 1042, ayant un volume de 50 ml.

NOTE L'utilisation d'un ballon étalonné à une température de 20 °C — comme spécifié dans l'ISO 1042 — entraîne une erreur systématique qui peut être négligée.

6.3 Entonnoir filtrant, à plaque filtrante en verre fritté, de porosité moyenne (diamètre des pores compris entre 40 µm et 50 µm), ou **entonnoir en verre et papier filtre**.

6.4 Agitateur mécanique, équipé d'un dispositif de chauffage pour maintenir le ballon (6.2) et son contenu à une température comprise entre 80 °C et 85 °C.

Une autre solution consiste à placer un agitateur rotatif dans une étuve réglée à une température comprise entre 80 °C et 85 °C.

6.5 Balance analytique, ayant une précision de 0,1 mg.

6.6 Bain à température régulée, pouvant être réglé à 25,0 °C ± 0,5 °C par incréments de 0,1 °C et pouvant être maintenu à ± 0,05 °C de la température fixée.

6.7 Thermomètre, ayant une sensibilité de 0,05 °C.

6.8 Dispositif de mesurage du temps, ayant une sensibilité de 0,1 s.

7 Échantillonnage

Prélever un échantillon qui soit représentatif de la résine dont on doit déterminer les propriétés et suffisamment important pour permettre de réaliser au moins deux déterminations.

iTeh STANDARD PREVIEW

8 Nombre de déterminations (standards.iteh.ai)

Effectuer deux déterminations en commençant chaque détermination avec une nouvelle prise d'essai.

[ISO 1628-2:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998>

9 Mode opératoire

9.1 Préparation de la solution

Des prescriptions générales relatives à la mise en solution du polymère dans le solvant sont données dans l'ISO 1628-1:1998, article 6.

Une solution ayant une concentration de 5 g/l ± 0,1 g/l à 25 °C ± 1 °C doit être préparée de la manière suivante:

Peser, à 0,2 mg près, 0,250 g ± 0,005 g de résine et les transvaser quantitativement dans le ballon de 50 ml (6.2). Ajouter environ 40 ml de cyclohexanone (5.1) dans le ballon tout en imprimant au ballon un mouvement circulaire à la main pour empêcher toute coagulation ou la formation de grumeaux. Poursuivre la mise en solution en agitant pendant 1 h entre 80 °C et 85 °C au moyen de l'agitateur (voir 6.4). Contrôler à l'œil nu que la mise en solution est complète. Si l'on distingue encore des particules gélatineuses, recommencer en utilisant une nouvelle prise d'essai de résine. Refroidir la solution jusqu'à 25 °C ± 1 °C et diluer jusqu'au trait de jauge avec de la cyclohexanone à la même température (voir la note en 6.2). Mélanger soigneusement la solution en agitant.

Déterminer la concentration réelle de la solution avec une précision de ± 0,1 %.

Si une masse de 0,250 g ± 0,000 25 g est prélevée et utilisée pour préparer une solution de 50 ml comme décrit ci-avant, le tableau 1 peut être utilisé pour lire la viscosité réduite et la valeur *K* à partir du rapport du temps d'écoulement de la solution à celui du solvant (appelé « rapport de viscosité »).

La solution peut être préparée selon d'autres méthodes, qui consistent par exemple à ajouter un volume mesuré de solvant à une masse mesurée de prise d'essai, à condition qu'il soit démontré que les valeurs de la viscosité réduite et la valeur *K* ainsi déterminées sont équivalentes à celles obtenues avec la méthode de préparation de la solution

décrite ci-avant. Ce type de méthodes de préparation de la solution nécessitent que les quantités de solvant et prise d'essai prélevées soient déterminées par l'expérience. Elles peuvent également impliquer une compensation de la perte de solvant par évaporation au cours du processus de dissolution.

Pour les résines ayant une valeur K supérieure à 85, le rapport du temps d'écoulement de la solution, comparé à celui du solvant, dépassera la valeur maximale de 2,0, ce qui est contraire à l'exigence spécifiée en 6.2 de l'ISO 1628-1:1998. Afin de garantir l'uniformité d'essai des PVC, cette non-conformité doit être ignorée, et toutes les résines disponibles à l'heure actuelle doivent être soumises à essai en utilisant la même masse de prise d'essai.

9.2 Détermination des temps d'écoulement

Le mode opératoire à appliquer est décrit dans l'ISO 1628-1:1998, article 8.

Le thermostat (voir 6.6) doit être réglé de façon que la température effective, mesurée par le thermomètre (6.7), soit comprise dans l'intervalle $25\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$. La température mesurée doit être stable à $\pm 0,05\text{ °C}$ autour de la température à laquelle le thermostat a été réglé.

Lors du remplissage du viscosimètre, filtrer le solvant et la solution au moyen de l'entonnoir filtrant ou de l'entonnoir en verre et du papier filtre (voir 6.3).

Des précautions particulières doivent être prises pour nettoyer le viscosimètre, ce nettoyage devant être effectué conformément au mode opératoire décrit dans l'ISO 1628-1:1998, annexe A. Pour un viscosimètre donné, les temps d'écoulement du solvant témoin (cyclohexanone) doivent demeurer constants à 0,2 s près. Avec la solution, le mesurage de ces temps doit être répété jusqu'à ce que deux mesurages successifs diffèrent l'un de l'autre de moins de 0,25 %. Il ne faut jamais retenir le premier temps d'écoulement obtenu.

NOTE Ceci est une méthode manuelle. Il existe des appareils de marque qui effectuent automatiquement d'une part, le remplissage du viscosimètre avec la solution et le solvant et d'autre part, le mesurage des temps d'écoulement. L'utilisation de ces appareils est admise par la présente partie de l'ISO 1628 à condition que la méthode automatisée permette de respecter la totalité des opérations et des contrôles décrits ci-dessus.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998>

10 Expression des résultats

10.1 Viscosité réduite

Calculer la viscosité réduite I de chaque prise d'essai, comme spécifié dans l'ISO 1628-1:1998, article 9, à l'aide de l'équation

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

où

t et t_0 sont les temps d'écoulement, en secondes, de la solution et du solvant, respectivement;

c est la concentration de la solution, en grammes par millilitre.

Calculer la viscosité réduite I de l'échantillon de résine en faisant la moyenne des deux résultats individuels obtenus à partir des déterminations et en l'arrondissant au nombre entier le plus proche. Si les viscosités réduites I déterminées à partir des deux déterminations diffèrent de plus de $\pm 0,4\%$ de la valeur moyenne, rejeter ces résultats et répéter les déterminations sur de nouvelles prises d'essai.

Si la concentration de la solution est de $5\text{ g/l} \pm 0,005\text{ g/l}$, il est plus pratique de lire les valeurs de I dans le tableau 1, I étant exprimé en $(\text{m}^3/\text{kg}) \times 10^{-3}$, c'est-à-dire en millilitres par gramme, arrondies à la première décimale.

10.2 Valeur K

Calculer la valeur K de chaque prise d'essai, comme spécifié dans l'ISO 1628-1:1998, article 9, à l'aide de l'équation

$$K = \frac{1,5 \log \eta_r - 1 + \sqrt{1 + \left(\frac{2}{c} + 2 + 1,5 \log \eta_r\right) 1,5 \log \eta_r}}{150 + 300 c} \times 1000$$

où

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0} \quad \text{est le rapport des viscosités (temps d'écoulement) de la solution et du solvant;}$$

t et t_0 sont les temps d'écoulement, en secondes, de la solution et du solvant, respectivement;

c est la concentration de la solution, en grammes par millilitre.

Calculer la valeur K de l'échantillon de résine en faisant la moyenne des deux valeurs K obtenues à partir des déterminations et en l'exprimant avec une décimale. Si les valeurs K déterminées à partir des deux déterminations diffèrent de plus de $\pm 0,4\%$ de la valeur moyenne, rejeter ces résultats et répéter les déterminations sur de nouvelles prises d'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW

Si la concentration de la solution est de $5 \text{ g/l} \pm 0,005 \text{ g/l}$, il est plus pratique de lire la valeur K dans le tableau 1, arrondie à la deuxième décimale.

ISO 1628-2:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998>

11 Fidélité

Les essais interlaboratoires conduits en utilisant trois résines dans onze laboratoires à quatre dates différentes, ont donné les résultats suivants pour l'écart-type de répétabilité s_r (au sein d'un même laboratoire) et pour l'écart-type de reproductibilité s_R (entre plusieurs laboratoires):

Écart-type	Valeur K		
	environ 50	environ 70	environ 90
s_r	0,132	0,115	0,120
s_R	0,420	0,291	0,495

Écart-type	Viscosité réduite		
	environ 61	environ 124	environ 227
s_r	0,313	0,458	0,742
s_R	0,984	1,202	3,042

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la présente partie de l'ISO 1628;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification du matériau soumis à l'essai;
- c) viscosité réduite et/ou valeur K de l'échantillon de résine;
- d) toute différence entre le type de viscosimètre utilisé et le viscosimètre de référence décrit dans la présente partie de l'ISO 1628;
- e) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1628-2:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2cd4b9a-39d3-4bcd-a727-f5c7f42d5674/iso-1628-2-1998>

Tableau 1 — Conversion du rapport de viscosité (VR) en viscosité réduite (*I*) et valeur *K*

Unité de la viscosité réduite: (m³/kg) × 10⁻³, c'est-à-dire ml/g
 Concentration de résine dans la solution = 5 g/l

VR	<i>I</i>	<i>K</i>	VR	<i>I</i>	<i>K</i>	VR	<i>I</i>	<i>K</i>
1,195	39,0	39,74	1,237	47,4	44,02	1,279	55,8	47,87
1,196	39,2	39,85	1,238	47,6	44,12	1,280	56,0	47,95
1,197	39,4	39,95	1,239	47,8	44,22	1,281	56,2	48,04
1,198	39,6	40,06	1,240	48,0	44,31	1,282	56,4	48,13
1,199	39,8	40,17	1,241	48,2	44,41	1,283	56,6	48,21
1,200	40,0	40,27	1,242	48,4	44,50	1,284	56,8	48,30
1,201	40,2	40,38	1,243	48,6	44,60	1,285	57,0	48,38
1,202	40,4	40,49	1,244	48,8	44,69	1,286	57,2	48,47
1,203	40,6	40,59	1,245	49,0	44,79	1,287	57,4	48,55
1,204	40,8	40,70	1,246	49,2	44,88	1,288	57,6	48,64
1,205	41,0	40,80	1,247	49,4	44,98	1,289	57,8	48,72
1,206	41,2	40,91	1,248	49,6	45,07	1,290	58,0	48,81
1,207	41,4	41,01	1,249	49,8	45,16	1,291	58,2	48,89
1,208	41,6	41,12	1,250	50,0	45,26	1,292	58,4	48,98
1,209	41,8	41,22	1,251	50,2	45,35	1,293	58,6	49,06
1,210	42,0	41,33	1,252	50,4	45,44	1,294	58,8	49,15
1,211	42,2	41,43	1,253	50,6	45,53	1,295	59,0	49,23
1,212	42,4	41,53	1,254	50,8	45,63	1,296	59,2	49,32
1,213	42,6	41,64	1,255	51,0	45,72	1,297	59,4	49,40
1,214	42,8	41,74	1,256	51,2	45,81	1,298	59,6	49,48
1,215	43,0	41,84	1,257	51,4	45,90	1,299	59,8	49,57
1,216	43,2	41,94	1,258	51,6	45,99	1,300	60,0	49,65
1,217	43,4	42,05	1,259	51,8	46,09	1,301	60,2	49,73
1,218	43,6	42,15	1,260	52,0	46,18	1,302	60,4	49,81
1,219	43,8	42,25	1,261	52,2	46,27	1,303	60,6	49,90
1,220	44,0	42,35	1,262	52,4	46,36	1,304	60,8	49,98
1,221	44,2	42,45	1,263	52,6	46,45	1,305	61,0	50,06
1,222	44,4	42,55	1,264	52,8	46,54	1,306	61,2	50,14
1,223	44,6	42,65	1,265	53,0	46,63	1,307	61,4	50,23
1,224	44,8	42,75	1,266	53,2	46,72	1,308	61,6	50,31
1,225	45,0	42,85	1,267	53,4	46,81	1,309	61,8	50,39
1,226	45,2	42,95	1,268	53,6	46,90	1,310	62,0	50,47
1,227	45,4	43,05	1,269	53,8	46,99	1,311	62,2	50,55
1,228	45,6	43,15	1,270	54,0	47,07	1,312	62,4	50,63
1,229	45,8	43,25	1,271	54,2	47,16	1,313	62,6	50,71
1,230	46,0	43,34	1,272	54,4	47,25	1,314	62,8	50,79
1,231	46,2	43,44	1,273	54,6	47,34	1,315	63,0	50,87
1,232	46,4	43,54	1,274	54,8	47,43	1,316	63,2	50,95
1,233	46,6	43,64	1,275	55,0	47,52	1,317	63,4	51,03
1,234	46,8	43,73	1,276	55,2	47,60	1,318	63,6	51,11
1,235	47,0	43,83	1,277	55,4	47,69	1,319	63,8	51,19
1,236	47,2	43,93	1,278	55,6	47,78	1,320	64,0	51,27