

---

---

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

**Partie 3:  
Polyéthylènes et polypropylènes**

iTeh STANDARD PREVIEW

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

*Part 3: Polyethylenes and polypropylenes*

ISO 1628-3:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2502bf-bec4-48f1-ac74-195f81500706/iso-1628-3-2001>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 1628-3:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2502bf-bec4-48f1-ac74-195f81500706/iso-1628-3-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2502bf-bec4-48f1-ac74-195f81500706/iso-1628-3-2001>

© ISO 2001

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 1628 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 1628-3 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 1628-3:1991), dont elle constitue une révision technique mineure (la deuxième équation en 8.1 a été corrigée et la terminologie alignée sur celle utilisée dans l'ISO 1628-1).

ISO 1628-3:2001

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 des polyesters thermoplastiques (TP)*
- *Partie 6: Polymères de méthacrylate de méthyle*

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

ISO 1628-3:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2502bf-bec4-48f1-ac74-195f81500706/iso-1628-3-2001>

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

## Partie 3: Polyéthylènes et polypropylènes

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 spécifie les conditions particulières pour la détermination de la viscosité réduite et de la viscosité intrinsèque des polyéthylènes et polypropylènes en solution diluée à 135 °C. Elle est applicable aux polyéthylènes de basse, moyenne et haute densité et à une gamme étendue de polypropylènes comprenant des polymères purement isotactiques, stéréoblocs et atactiques.

La viscosité des solutions des polymères peut être affectée par les additifs présents dans l'échantillon. La valeur de la viscosité réduite obtenue par cette méthode peut en conséquence ne pas être comparable, si l'échantillon contient des charges ou d'autres additifs.

NOTE La viscosité réduite est connue comme fonction de Staudinger ( $J_s$ ) et la viscosité intrinsèque comme indice de Staudinger ( $J_g$ ).

### 2 Références normatives

ISO 1628-3:2001  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2502bf-bec4-48f1-ac74-195f81500706/iso-1628-3-2001>

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 1628. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 1628 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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 instructions d'utilisation*

### 3 Principe

Les temps d'écoulement du solvant et d'une solution de polymère de concentration spécifiée dans ce solvant sont mesurés à 135 °C. La viscosité réduite et la viscosité intrinsèque sont calculées à partir de ces mesures et de la concentration connue de la solution.

Les polymères d'éthylène et de propylène isotactiques ne sont solubles à la température ordinaire dans aucun solvant connu. Des précautions doivent être prises pendant l'essai pour éviter toute précipitation de polymère, qui pourrait fausser la concentration de la solution.

## 4 Solvant

**4.1 Décahydronaphtalène**, de qualité analytique reconnue, redistillé à une température inférieure ou égale à 65 °C et sous une pression d'environ 500 Pa, avec précautions convenables pour éviter une peroxydation, par exemple distillation en présence d'hydroquinone.

Immédiatement après la redistillation, une quantité de 0,2 % par masse d'antioxydant doit être ajoutée pour inhiber l'oxydation pendant la détermination de la viscosité.

Les antioxydants suivants se sont avérés satisfaisants:

- thio-bis(*tert*-butyl-6 méthyl-3)-4,4' phénol;
- bis(hydroxy-2 *tert*-butyl-3 méthyl-5) phénylméthane;
- octadécyl-(di-*tert*-butyl-3',5' hydroxyphényl-4')-3 *n*-propionate;
- tétrakis [méthylène-(di-*tert*-butyl-3',5' hydroxyphényl-4')-3 *n*-propionate]méthane.

Un solvant stabilisé de cette façon donne des solutions de polymères qui résistent à l'oxydation à 135 °C durant plusieurs heures.

## 5 Appareillage

**5.1 Viscosimètre Ubbelohde**, dont les dimensions principales sont indiquées sur la Figure 1, ou autres types de viscosimètres tels que ceux mentionnés dans l'ISO 3105, pour autant qu'ils conduisent à des résultats équivalents. Toutefois, en cas de litige, le viscosimètre Ubbelohde aura la préférence.

Les dimensions du viscosimètre recommandé sont indiquées sur la Figure 1, mais d'autres types de viscosimètres Ubbelohde peuvent être utilisés, à condition que le diamètre et la longueur du tube capillaire ainsi que le volume du réservoir supérieur soient ceux indiqués sur la Figure 1. Si l'on utilise un viscosimètre d'un type autre que celui représenté à la Figure 1, la dissolution est effectuée dans une fiole jaugée (5.9) et la solution est filtrée dans le viscosimètre à travers un entonnoir à disque en verre fritté P 100. Avant de filtrer, l'entonnoir est maintenu à 150 °C dans l'étuve (5.8).

**5.2 Porte-viscosimètres**, pour maintenir fermement les viscosimètres dans leur position correcte dans le bain thermorégularisé.

**5.3 Bain thermorégularisé**, à 135 °C ± 0,2 °C, selon l'ISO 1628-1.

**5.4 Bain thermorégularisé**, à 20 °C ± 0,1 °C.

**5.5 Dispositif pour mesurer la température**, selon l'ISO 1628-1, gradué tous les 0,1 °C.

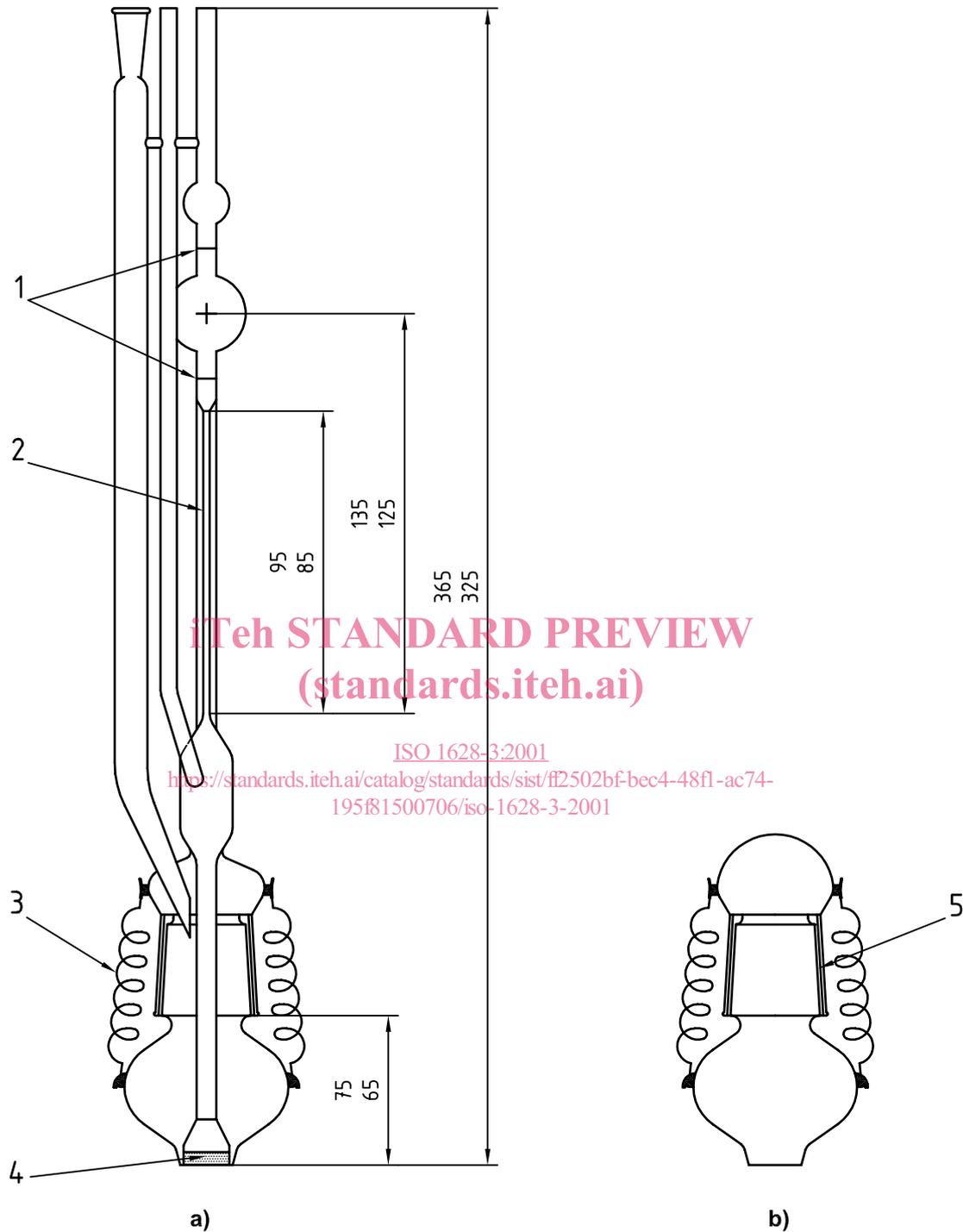
**5.6 Dispositif de chronométrage**, tout dispositif de chronométrage peut être utilisé, pourvu que son affichage permette les lectures à 0,1 s près, ou mieux, et que sa vitesse soit constante à ± 0,1 % sur une durée de 15 min.

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

**5.8 Étuve**, réglable à 150 °C ± 2 °C.

**5.9 Fiole jaugée**, de 100 ml de capacité.

**5.10 Pipette graduée**, de 50 ml de capacité.

**Légende**

- 1 Volume 2 ml à 3 ml
- 2 Tube capillaire  $\varnothing 0,46 \text{ mm} \pm 0,02 \text{ mm}$
- 3 Ressort à boudin
- 4 Disque en verre fritté P 100
- 5 Assemblage rodé

**Figure 1 — Viscosimètre Ubbelohde modifié pour essais à haute température**

## 6 Échantillon pour essai

- 6.1 L'échantillon doit être sous forme de poudre sèche ou de très petits morceaux, pour faciliter la dissolution.
- 6.2 Si l'échantillon est un objet manufacturé, il doit être réduit en très petits morceaux avant l'essai (par exemple par découpage et broyage en présence de neige carbonique).

Les viscosités réduites pouvant être différentes à cœur et en surface, il est possible

- soit de mesurer la viscosité réduite globale; pour cela, réduire en très petits morceaux la totalité de l'objet, homogénéiser, dissoudre une portion et effectuer un prélèvement de la solution;
- soit de mesurer la viscosité réduite en surface et à cœur; pour cela, découper de fins copeaux de l'objet, d'une part en surface, d'autre part à cœur, homogénéiser chacun des tas de copeaux et effectuer un prélèvement sur chaque tas.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Nettoyage du viscosimètre

7.1.1 Nettoyer le viscosimètre avant une première utilisation ou après des mesures discordantes, ainsi qu'à intervalles réguliers, selon l'ISO 1628-1:1998, annexe A.

7.1.2 Entre deux déterminations successives, nettoyer le viscosimètre avec le même solvant que celui utilisé pour les déterminations. Pendant l'opération de nettoyage, maintenir le viscosimètre ainsi que le solvant dans le bain (5.3) thermorégularisé à 135 °C. Après nettoyage, enlever le viscosimètre du bain, le refroidir à la température ambiante, puis le rincer avec de l'acétone distillée et préalablement filtrée et le sécher dans un courant d'air exempt de poussière ou sous vide.

ISO 1628-3:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f2502bf-bec4-48f1-ac74-45507508-3-2001>

### 7.2 Détermination du temps d'écoulement du solvant

Déterminer le temps d'écoulement du solvant conformément au mode opératoire prescrit en 7.5 pour la solution. Utiliser, pour le calcul de la viscosité réduite, la valeur moyenne de trois lectures consécutives concordant à moins de 0,2 s.

### 7.3 Choix de la concentration de la solution de polymère

La concentration de la solution du polymère doit être établie de sorte que le rapport du temps d'écoulement de la solution  $t$  au temps d'écoulement du solvant  $t_0$  soit compris entre 1,2 et 2.

7.3.1 Si l'on connaît la valeur approximative de la viscosité réduite du polymère, choisir dans le Tableau 1, la concentration convenable.

7.3.2 Si l'on ne connaît pas la valeur approximative de la viscosité réduite du polymère, prendre une concentration de 0,001 g/ml et faire le mesurage.

Tableau 1 — Concentration  $c$  à utiliser en fonction de la viscosité réduite à mesurer

Viscosité réduite ml/g	Concentration, $c$ g/ml
40 à < 200	0,005
200 à 1 000	0,001
> 1 000 à 5 000	0,000 2

Si la viscosité réduite ainsi obtenue n'est pas dans l'intervalle prévu dans le Tableau 1, refaire un mesurage avec la concentration correspondant à la viscosité ainsi trouvée.

## 7.4 Préparation de la solution

7.4.1 Calculer, à 1 mg près, la masse  $m$ , en grammes, d'échantillon nécessaire à l'aide de l'équation

$$m = c V \gamma$$

où

$c$  est la concentration, en grammes par millilitre, de la solution à 135 °C;

$V$  est le volume, en millilitres, du solvant mesuré à 20 °C (normalement, la solution est préparée à partir de 50 ml de solvant);

$\gamma$  est le coefficient de dilatation volumique du solvant entre 20 °C et 135 °C, égal au rapport des masses volumiques du solvant à ces températures, soit:

$$\gamma = \frac{\rho_{20}}{\rho_{135}} = \frac{0,888}{0,802} = 1,107$$

L'expérience a montré que cette valeur était constante, même si la masse volumique à 20 °C ( $\rho_{20}$ ) n'était pas exactement 0,888 g/ml.

7.4.2 Peser dans le récipient du viscosimètre, à 0,2 mg près, la masse  $m$  d'échantillon ainsi calculée (par exemple  $m = 0,055\ 3$  g pour une concentration de 0,001 g/ml)

Ajouter au contenu du récipient du viscosimètre, à l'aide d'une pipette graduée (5.10), le volume  $V$  de solvant prélevé dans une fiole jaugée (5.9) maintenue au préalable dans le bain (5.4) thermorégularisé à 20 °C ± 0,1 C. Boucher le récipient du viscosimètre [voir Figure 1b)] et le placer, ainsi que le viscosimètre, dans l'étuve (5.8) réglée à 150 °C. Maintenir le récipient dans l'étuve jusqu'à ce qu'on n'observe plus, en examinant à l'œil nu, des particules non dissoutes, des gels ou des matières étrangères. Retirer le récipient de l'étuve et examiner la solution toutes les 10 min, tout en agitant soigneusement pour ne pas disperser des particules de polymère sur les parois du récipient.

Si l'on ne parvient pas à la dissolution complète au bout de 2 h, le chauffage peut être continué encore durant 2 h, tout en agitant et en l'examinant toutes les 10 min, et l'indiquer dans le rapport d'essai.

## 7.5 Mesurage du temps d'écoulement de la solution

Mettre en place le récipient du viscosimètre, après avoir légèrement graissé le rodage et le maintenir solidement à l'aide des ressorts de fixation comme indiqué sur la Figure 1 a).

Immerger rapidement le viscosimètre tout entier et le fixer en position verticale dans le bain thermorégularisé (5.3) à 135 °C et l'y laisser durant 15 min.

Par aspiration, amener le niveau du liquide approximativement à 10 mm au-dessus du repère supérieur du réservoir supérieur du viscosimètre.

Laisser ensuite la solution s'écouler à travers le capillaire. Lorsque le ménisque passe à ce repère supérieur, déclencher le chronomètre (5.6) et mesurer le temps pris par la solution pour s'écouler jusqu'au repère inférieur du réservoir.

Mesurer plusieurs fois le temps d'écoulement de la solution jusqu'à ce que trois mesures consécutives ne diffèrent pas de la moyenne de plus de 0,2 s.

Noter la moyenne de ces trois lectures.