

6.

NORME INTERNATIONALE



174

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle —

Matières plastiques — Détermination de l'indice de viscosité des résines de polychlorure de vinyle en solution diluée

Plastics — Determination of viscosity number of PVC resins in dilute solution

Homopolymer and copolymer resins of vinyl chloride —

Première édition — 1974-08-01

ITeH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 174:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee383f61-8622-48f3-8b6d-d4bff8037d9b/iso-174-1974>

Est connue
ISO 1628-2

CDU 678.743.22 : 620.1 : 532.13

Réf. N° : ISO 174-1974 (F)

Descripteurs : matière plastique, résine thermoplastique, chlorure de polyvinyle, essai, essai physique, indice de viscosité.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 174 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 61, *Matières Plastiques*, et soumise aux Comités Membres en avril 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Irlande	<u>ISO 174:1974</u>
Allemagne, R.F.	Israël	Suède
Australie	Italie	Suisse
Autriche	Japon	Tchécoslovaquie
Belgique	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Canada	Pays-Bas	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U, R, S, S, /
France	Portugal	U, S, A, /
Hongrie	Roumanie	
Inde	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 174-1961.

Résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle —

Matières plastiques — Détermination de l'indice de viscosité des résines de polychlorure de vinyle en solution diluée

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité des résines de polychlorure de vinyle, ou de copolymères, dans lesquels le principal constituant est le chlorure de vinyle, en solution diluée dans la cyclohexanone.

L'indice de viscosité ainsi obtenu donne une indication approximative de la masse moléculaire de la résine de polychlorure de vinyle.

NOTE — Pour la définition de l'indice de viscosité et pour les autres termes, définitions et formules, voir ISO/R 1628, *Matières plastiques — Directives pour la normalisation des méthodes de détermination de la viscosité des solutions diluées de polymères*.

2 PRINCIPE

Préparation, dans des conditions définies, d'une solution à 0,005 g/ml de la résine dans la cyclohexanone.

Mesurage, au moyen d'un viscosimètre à tube capillaire à niveau suspendu, des durées d'écoulement de cette solution et du solvant.

Calcul à partir de ces mesures de l'indice de viscosité.

Dans cette méthode, les corrections de différence de masse volumique et d'énergie cinétique sont faibles et ne sont pas appliquées.

3 SOLVANT

Cyclohexanone, pure, distillée comme indiqué ci-après *moins de deux semaines avant utilisation*, ayant une viscosité cinématique comprise entre 2,06 et 2,14 cSt à 25 °C.

Préparer le solvant en distillant de la cyclohexanone pure à une pression de 1 013 mbar et en recueillant seulement la fraction bouillant entre 155,0 et 156,0 °C.

Mesurer au viscosimètre Ubbelohde la viscosité cinématique (ou le rapport viscosité/masse volumique) de la cyclohexanone purifiée : elle est normalement, à 25 °C, de 2,10 cSt mais peut, sans inconvénient, être comprise entre 2,06 et 2,14 cSt ($2,06 \times 10^{-6}$ et $2,14 \times 10^{-6}$ m²/s).

Conserver ce solvant à l'obscurité, dans une bouteille de coloration sombre, fermée par un bouchon en verre rodé.

Avant utilisation, vérifier le bon état de conservation du solvant par un nouveau mesurage de la viscosité cinématique, qui doit rester comprise entre 2,06 et 2,14 cSt.

4 APPAREILLAGE

4.1 soit :

- a) pour *méthode 1*, **fiolle jaugée**, capacité 50 ml, avec bouchon rodé, ou
- b) pour *méthode 2*, **flacon à fond plat**, capacité 150 ml, avec bouchon rodé et pipette automatique, capacité 50 ml.

4.2 **Entonnoir filtrant**, en verre fritté de porosité moyenne (dimensions des pores 40 à 50 μm).

4.3 **Bain thermostatique**, pouvant être maintenu à $25 \pm 0,05$ °C.

4.4 **Appareil d'agitation mécanique**, muni d'un dispositif de chauffage, permettant de maintenir la fiolle jaugée de 50 ml et son contenu (ou le flacon de 150 ml et son contenu) à une température comprise entre 80 et 85 °C.

En variante, un agitateur à secousses, ou tournant, peut être installé dans une étuve maintenue à une température comprise entre 80 et 85 °C.

4.5 Viscosimètre, à niveau suspendu, du type Ubbelohde, dont les dimensions essentielles sont indiquées dans la figure, ou tout autre viscosimètre à tube capillaire à niveau suspendu, reconnu comme donnant les mêmes résultats.

Sur la figure, deux repères de remplissage figurent sur le réservoir au-dessous du tube 1. Ces traits ne sont pas toujours marqués sur les viscosimètres du commerce; le remplissage doit être tel qu'il subsiste un espace vide en dessous du capillaire.

4.6 Balance, précise à 0,1 mg.

4.7 Chronomètre, précis à 0,1 s.

5 ÉCHANTILLON

Prélever un échantillon parfaitement représentatif du produit à essayer.

Traiter l'échantillon conformément aux exigences clairement définies, agréées par les parties intéressées (par exemple séchage, lavage, etc.).

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Préparation de la solution

Préparer une solution de PVC dans la cyclohexanone à la concentration de 5 g de PVC par litre de solution, en utilisant l'une des méthodes suivantes :

6.1.1 Méthode 1

Peser, à 0,000 2 g près, $0,250 \pm 0,005$ g de résine, et la verser¹⁾ quantitativement dans la fiole jaugée de 50 ml.

NOTE — En vue de simplifier les calculs, il est possible de peser directement une quantité de résine de $0,250 0 \pm 0,000 2$ g.

Ajouter environ 40 ml de cyclohexanone *en agitant légèrement à la main*, afin d'éviter la prise en masse ou la formation de grumeaux.

Procéder à la dissolution sous agitation mécanique continue durant 1 h, en maintenant la température entre 80 et 85 °C.

S'assurer que la dissolution est, au moins visuellement, complète.

Si l'on observe des particules gélifiées, recommencer la mise en solution avec une autre prise d'essai, jusqu'à obtention d'un résultat convenable.

Refroidir la solution à 25 ± 1 °C et diluer au trait de jauge avec la cyclohexanone à la même température; mélanger parfaitement par agitation.

6.1.2 Méthode 2

Peser, à 0,000 2 g près, $0,250 \pm 0,005$ g de résine, et la verser¹⁾ quantitativement dans le flacon de 150 ml.

NOTE — En vue de simplifier les calculs, il est possible de peser directement une quantité de résine de $0,251 0 \text{ g} \pm 0,000 2 \text{ g}$. Le volume préparé sera de 50,18 ml et la masse de résine PVC indiquée correspond à 0,250 0 g de PVC pour 50 ml de solution.

Ajouter, à la pipette automatique, maintenue à 25 ± 1 °C, 50 ml de cyclohexanone *en agitant légèrement à la main*, afin d'éviter la prise en masse ou la formation de grumeaux.

Procéder à la dissolution sous agitation mécanique continue durant 1 h, en maintenant la température entre 80 et 85 °C.

S'assurer que la dissolution est, au moins visuellement, complète.

Si l'on observe des particules gélifiées, recommencer la mise en solution avec une autre prise d'essai jusqu'à obtention d'un résultat convenable.

Laisser ensuite refroidir à la température ambiante.

6.2 Nettoyage du viscosimètre

Des erreurs importantes dans les mesurages de viscosité peuvent être dues à des traces minimales de matières étrangères dans le tube capillaire du viscosimètre et, en conséquence, un nettoyage très soigné est essentiel. Des variations de plus de 0,2 s entre des mesurages consécutifs indiquent la présence de particules étrangères mais, si celles-ci adhèrent à la paroi du capillaire, leur présence ne peut être détectée que *par comparaison avec des mesurages effectués avec un second viscosimètre similaire*.

Avant la première utilisation, ou après des lectures discordantes, et à des intervalles réguliers, nettoyer le viscosimètre avec un mélange de volumes égaux d'acide sulfurique concentré et d'une solution saturée de bichromate de potassium dans l'eau, *introduit par l'intermédiaire de l'entonnoir filtrant*; laisser le mélange agir quelques heures, rincer à l'eau, puis à l'acétone, également introduite par l'entonnoir, et sécher le viscosimètre par passage d'un courant d'air *exempt de poussières*. Entre des déterminations successives satisfaisantes, rincer le viscosimètre à l'acétone et le sécher comme indiqué ci-dessus.

6.3 Mesurage des temps d'écoulement du solvant

NOTE — Si un viscosimètre autre que celui du type Ubbelohde est utilisé, le mode opératoire décrit doit être modifié.

Immerger le viscosimètre dans le bain d'eau maintenu à $25 \pm 0,05$ °C. Fixer le viscosimètre de façon que, d'une part, le niveau du bain soit à 20 mm au moins au-dessus de son repère de graduation supérieur et que, d'autre part, l'axe du tube 2 soit parfaitement vertical.

1) Il est, naturellement, toujours possible de peser la résine directement dans le flacon ou la fiole.

Par l'intermédiaire de l'entonnoir filtrant, introduire le solvant dans le tube 1 du viscosimètre, de manière qu'après écoulement, le niveau s'établisse entre les deux repères de remplissage.

Après une attente d'au moins 10 min, faire passer le liquide dans le tube 2 du viscosimètre, soit par soufflage dans le tube 1 à l'aide d'air exempt de poussières, soit par aspiration sur le tube 2 et en obstruant le tube 3. Arrêter l'opération lorsque le liquide atteint le centre du bulbe supérieur du tube 2.

Obstruer ensuite le tube 2 avec le doigt et libérer les deux autres tubes. Lorsque l'extrémité inférieure du tube capillaire est dégagée, retirer le doigt du tube 2 et mesurer l'intervalle de temps nécessaire au passage du ménisque d'un repère de graduation à l'autre.

Refouler ou aspirer à nouveau le liquide dans le tube supérieur et répéter le mesurage. Si la mesure diffère de plus de 0,2 s, refaire les déterminations avec un solvant neuf; si un accord acceptable n'est pas obtenu pour les nouvelles déterminations, nettoyer à nouveau le viscosimètre.

Vider le viscosimètre en faisant s'écouler le liquide par le tube 1.

Rincer ensuite le viscosimètre à l'acétone et le sécher comme indiqué au dernier alinéa de 6.2.

À titre de vérification, le mesurage du temps d'écoulement du solvant doit être effectué avant et après le mesurage du temps d'écoulement de la solution.

6.4 Mesurage des temps d'écoulement de la solution

NOTE — Si un viscosimètre autre que celui du type Ubbelohde est utilisé, le mode opératoire décrit doit être modifié.

En utilisant le même viscosimètre que pour le mesurage du temps d'écoulement du solvant, effectuer le mesurage en opérant exactement comme dans le cas du mesurage sur le solvant. Après chaque mesurage, vider le viscosimètre en faisant s'écouler la solution par le tube 1. Le rincer ensuite avec de la cyclohexanone, à travers le capillaire, puis vidanger par le tube 1. Rincer ensuite le viscosimètre à l'acétone et le sécher comme indiqué au dernier alinéa de 6.2.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'indice de viscosité, exprimé en millilitres par gramme, est donné par la formule

$$\frac{t_s - t_o}{t_o C}$$

où

t_o est la moyenne arithmétique des deux temps d'écoulement du solvant;

t_s est la moyenne arithmétique des deux temps d'écoulement de la solution;

C est la concentration, en grammes de résine par millilitre de solution.

Pour la *méthode 1* (6.1.1) $C = \frac{m}{50}$

Pour la *méthode 2* (6.1.2) $C = \frac{m}{50,18}$

Arrondir l'indice de viscosité au 0,5 le plus proche.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- la référence de la méthode utilisée (par exemple : Méthode 1 de l'ISO 174);
- l'identification complète de l'échantillon;
- une description précise de tous les traitements subis par l'échantillon avant sa mise en solution;
- toute différence existant entre le type de viscosimètre utilisé et celui décrit dans la présente Norme Internationale;
- tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats;
- la date de l'essai.

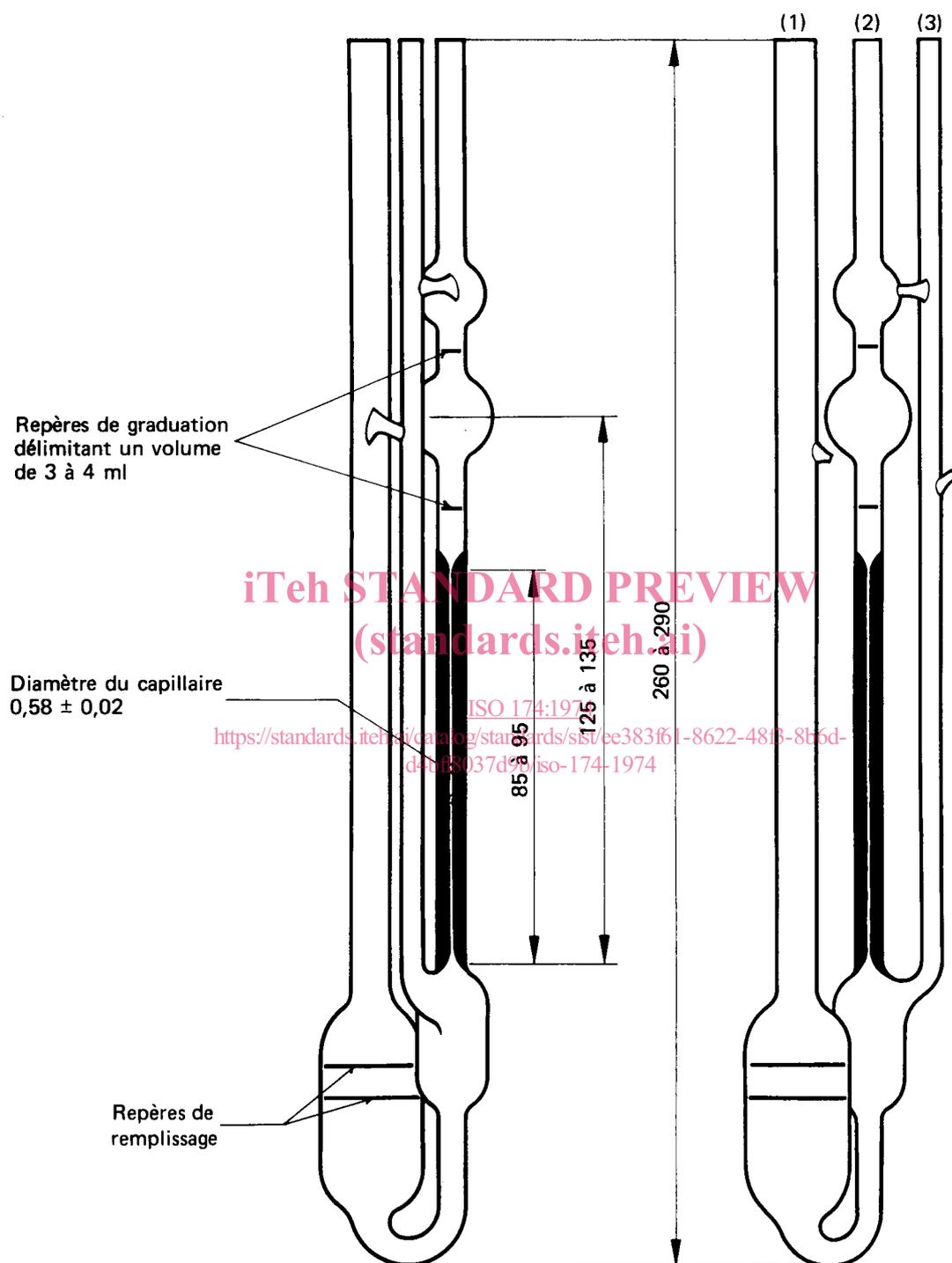


FIGURE – Viscosimètre Ubbelohde

NOTE — Le viscosimètre indiqué sur ce schéma est conforme au viscosimètre modèle C de l'ISO/R 1628 et les dimensions de son capillaire sont en accord avec celles prévues dans l'ISO/R 174. Il conduit à des durées d'écoulement de l'ordre de 3 à 6 min. Il est possible d'opérer plus rapidement et avec une précision du même ordre en utilisant un viscosimètre de mêmes dimensions mais dont le volume du réservoir est de moitié (1,5 à 2 ml).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 174:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee383f61-8622-48f3-8b6d-d4bf8037d9b/iso-174-1974>



Publié 1980-11-15

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Matières plastiques — Détermination de l'indice de viscosité des résines de polychlorure de vinyle en solution diluée

ERRATUM

Page de couverture extérieure

- a) Remplacer le titre français par :

«Plastiques — Résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle — Détermination de l'indice de viscosité en solution diluée».

- b) Remplacer le sous-titre anglais par :

«Plastics — Homopolymer and copolymer resins of vinyl chloride — Determination of viscosity number in dilute solution».

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Page de couverture intérieure

Remplacer le titre du comité technique ISO/TC 61 par : [ISO 174:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee383f61-8622-48f3-8b6d-d4bf8037d9b/iso-174-1974)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ee383f61-8622-48f3-8b6d-d4bf8037d9b/iso-174-1974>
«Plastiques».

Page 1

Remplacer le titre par :

«Plastiques — Résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle — Détermination de l'indice de viscosité en solution diluée».