

---

---

**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

(standards.iteh.ai)  
*Plastics — Determination of the viscosity of polymers in dilute solution  
using capillary viscometers —*

*Part 3: Polyethylenes and polypropylenes*

ISO 1628-3:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-268dff3324e/iso-1628-3-2010>



**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 1628-3:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-268dff3324e/iso-1628-3-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-268dff3324e/iso-1628-3-2010>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2010

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.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Solvant</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	2
6 <b>Échantillon pour essai</b> .....	4
7 <b>Mode opératoire</b> .....	4
7.1 <b>Nettoyage du viscosimètre</b> .....	4
7.2 <b>Détermination du temps d'écoulement du solvant</b> .....	4
7.3 <b>Choix de la concentration de la solution de polymère</b> .....	4
7.4 <b>Préparation de la solution</b> .....	5
7.5 <b>Détermination du temps d'écoulement de la solution</b> .....	6
8 <b>Expression des résultats</b> .....	6
8.1 <b>Viscosité réduite, <math>\eta_{sp}/c</math></b> .....	6
8.2 <b>Viscosité intrinsèque, <math>[\eta]</math></b> .....	7
8.3 <b>Fidélité</b> .....	7
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	7

[ISO 1628-3:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-268dff3324e/iso-1628-3-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-268dff3324e/iso-1628-3-2010>

## 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

L'ISO 1628-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1628-3:2001), dont elle constitue une révision technique. Les principales modifications ont trait à la manière dont la solution de polymère soumise à essai est préparée et introduite dans le viscosimètre.

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*

# 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 définit les conditions spécifiques de détermination de la viscosité réduite (également appelée indice de viscosité) et de la viscosité intrinsèque des polyéthylènes et des polypropylènes en solution diluée à 135 °C.

La viscosité des solutions de polymère peut être affectée par les additifs contenus dans l'échantillon. La valeur d'une viscosité réduite obtenue par cette méthode peut, par conséquent, ne pas être fiable si l'échantillon contient des charges ou d'autres additifs.

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

### 2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d829752-7dff-40fe-ac29-284d13102410/iso-1628-3-2010>

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1628-1:2009, *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 d'un 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 mesurages et de la concentration connue de la solution.

Les polymères d'éthylène et les polypropylènes isotactiques ne sont solubles à température ambiante dans aucun solvant connu. Par conséquent, des précautions doivent être prises pendant l'essai afin d'éviter toute précipitation de polymère susceptible de fausser la concentration de la solution.

## 4 Solvant

**4.1 Décahydronaphtalène**, de qualité réactif analytique, redistillé à une température n'excédant pas 65 °C et à une pression d'environ 500 Pa; sa peroxydation doit être évitée par des mesures adaptées, comme une distillation en présence d'hydroquinone.

Immédiatement après la redistillation du décahydronaphtalène, une quantité de 0,2 % en masse d'antioxydant doit être ajoutée afin d'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.

Filter le solvant à travers un entonnoir en verre fritté P100. Un solvant stabilisé de cette façon permet d'obtenir des solutions de polymère qui résistent à l'oxydation à 135 °C durant plusieurs heures.

## 5 Appareillage

**5.1 Viscosimètre Ubbelohde**, de préférence de type 0B comme spécifié dans le Tableau B.4 de l'ISO 3105:1994 ou de type 0a comme spécifié dans le Tableau B.9 de l'ISO 3105:1994, ayant une constante nominale de viscosimètre de 0,005 (mm<sup>2</sup>/s)/s. Ces viscosimètres sont représentés à la Figure 1 et à la Figure 2 de l'ISO 1628-1:2009 et les principaux paramètres sont donnés dans le Tableau 1. D'autres types de viscosimètres décrits dans l'ISO 3105:1994 peuvent être utilisés s'ils fournissent des résultats équivalents. Toutefois, en cas de litige, un viscosimètre Ubbelohde doit être utilisé.

Tableau 1 — Viscosimètres Ubbelohde recommandés pour la détermination de la viscosité des polymères en solution diluée

Type	Constante nominale du viscosimètre (mm <sup>2</sup> /s)/s	Diamètre intérieur du tube R mm (±2 %)	Volume du réservoir C ml (±5%)	Diamètre intérieur du tube P mm (±5 %)
0B	0,005	0,46	3,0	6,0
0a	0,005	0,53	5,7	6,0

S'il est nécessaire de filtrer la solution de polymère, il est possible d'utiliser le modèle de viscosimètre Ubbelohde modifié représenté à la Figure 1 (les dimensions essentielles du modèle modifié sont similaires à celles des viscosimètres de type 0B et de type 0a mais le tube L a été modifié pour incorporer un filtre).

**5.2 Porte-viscosimètre**, maintenant fermement le viscosimètre dans une position correcte dans le bain thermostaté.

**5.3 Bain thermostaté**, maintenu à 135 °C ± 0,2 °C, conformément à l'ISO 1628-1.

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

**5.5 Dispositif de mesurage de la température**, conformément à l'ISO 1628-1 (gradué tous les 0,1 °C).

**5.6 Chronomètre**, de tout type pouvant être lu à 0,1 s près ou mieux et fonctionnant à une vitesse constante de ±0,1 % pendant 15 min.

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

**5.8 Agitateur**, installé dans un bain chauffant permettant de maintenir une température de  $150\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ , pour dissoudre le polymère dans le solvant. Le mélangeur peut être de type rotatif, alternatif ou de tout autre type approprié.

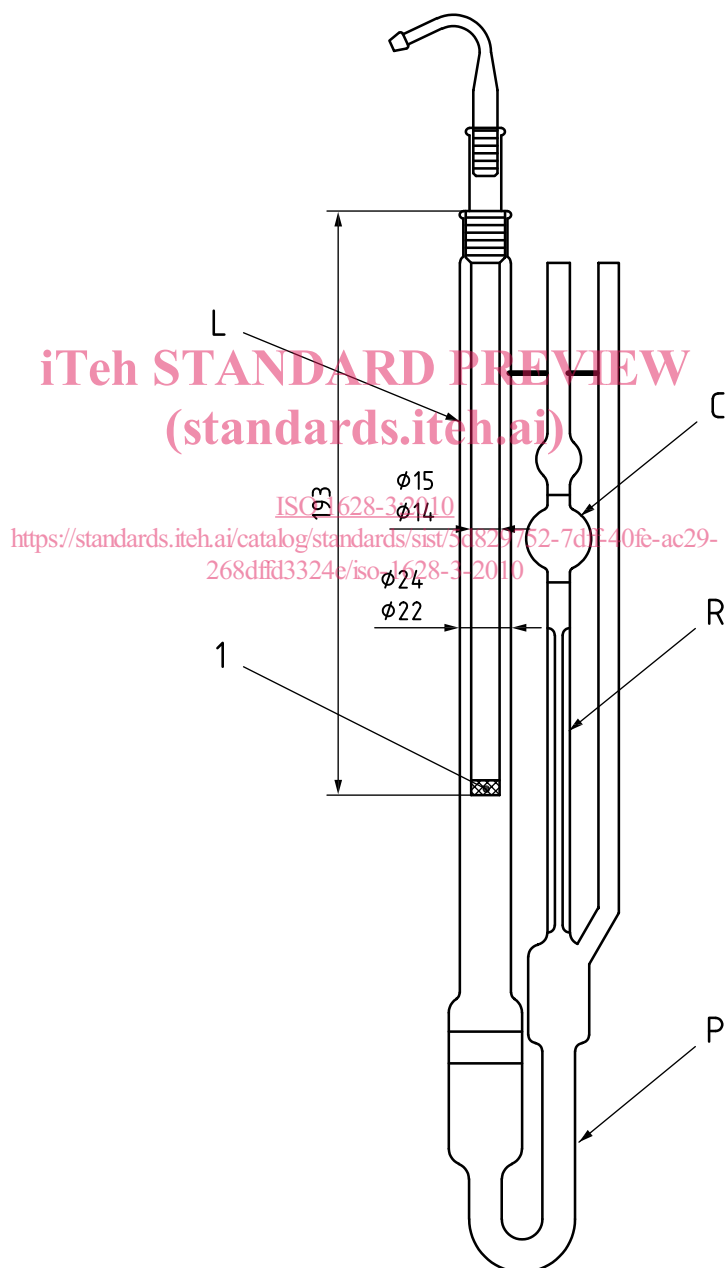
NOTE Certains types d'agitateur ne conviennent pas à la préparation des solutions de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW).

**5.9 Fiole jaugée à bouchon de verre**, d'une capacité de 100 ml.

**5.10 Pipette graduée**, d'une capacité de 50 ml.

**5.11 Filtre entonnoir**, avec un disque en verre fritté P100.

Dimensions en millimètres



**Légende**

1 disque en verre fritté P100

**Figure 1 — Viscosimètre Ubbelohde avec filtre plongeant**

## 6 Échantillon pour essai

**6.1** L'échantillon pour essai doit se présenter sous forme de poudre sèche ou de très petits morceaux afin de faciliter la dissolution.

**6.2** Si l'échantillon est un objet fabriqué, le réduire en très petits morceaux (par exemple par découpage et par broyage en présence de neige carbonique). Si l'échantillon est sous forme de granulés, réduire la taille des particules par broyage de la même manière.

Dans la mesure où la viscosité réduite du matériau à la surface d'un objet fabriqué peut être différente de celle à l'intérieur, il est possible:

- de mesurer la viscosité réduite de l'ensemble de l'objet en le réduisant en très petits morceaux, en homogénéisant le matériau ainsi broyé, en dissolvant une portion de ce dernier et en prélevant un échantillon pour essai de cette solution;
- ou de mesurer séparément les viscosités réduites à la surface et à l'intérieur en découpant de petites portions de la surface et de l'intérieur, puis en broyant ces prélèvements et en les homogénéisant séparément et en prélevant un échantillon sur chacun d'eux.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Nettoyage du viscosimètre

**7.1.1** Avant utilisation, ou lorsque des résultats incohérents sont obtenus, et dans tous les cas à intervalles réguliers, nettoyer le viscosimètre comme spécifié dans l'Annexe A de l'ISO 1628-1:2009.

**7.1.2** Entre deux déterminations successives, nettoyer le viscosimètre à l'aide du solvant utilisé pour les déterminations. Pendant le nettoyage, maintenir le viscosimètre ainsi que le solvant à 135 °C dans le bain thermostaté (5.3). Retirer le solvant par aspiration et sécher le viscosimètre avec de l'air exempt de poussière et d'huile ou de l'azote.

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

Déterminer le temps d'écoulement du solvant à l'aide du mode opératoire donné en 7.5 pour la solution. Utiliser la valeur moyenne de trois lectures consécutives concordant à 0,2 s près lors du calcul de l'indice de viscosité.

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

**7.3.1** La concentration du polymère doit être telle que le rapport entre le temps d'écoulement de la solution  $t$  et le temps d'écoulement du solvant  $t_0$  soit compris entre 1,2 et 2,0.

**7.3.2** Si la valeur approximative de la viscosité réduite du polymère est connue, choisir la concentration dans le Tableau 2.



Tableau 2 — Concentration  $c$  à utiliser en fonction de la viscosité réduite à mesurer

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

**7.3.3** Si la valeur approximative de la viscosité réduite du polymère n'est pas connue, soumettre à essai une solution d'une concentration de 0,001 g/ml.

Si la viscosité réduite ainsi obtenue ne se situe pas dans la fourchette prévue dans le Tableau 2, répéter l'essai en utilisant la concentration du Tableau 2 correspondant à la valeur de viscosité obtenue.

## 7.4 Préparation de la solution

**7.4.1** Calculer à 1 mg près la masse  $m$ , exprimée en grammes, de l'échantillon à dissoudre à l'aide de l'équation:

$$m = cV\gamma$$

où

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

$V$  est le volume de solvant utilisé, exprimé en millilitres, mesuré à 20 °C (la solution est généralement préparée avec 50 ml de solvant);

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

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

Des résultats d'expériences ont montré que cette valeur est constante même si la masse volumique à 20 °C ( $\rho_{20}$ ) n'est pas précisément 0,888 g/ml.

**7.4.2** Peser, à 0,2 mg près, la quantité d'échantillon calculée dans une fiole jaugée à bouchon de verre (5.9) (par exemple  $m$  sera égale à 0,055 3 g pour une concentration de 0,001 g/ml). Durant cette opération, prendre soin d'éviter de répandre les particules de polymère sur les parois de la fiole.

Ajouter le volume  $V$  de solvant en le transférant à l'aide d'une pipette graduée (5.10) d'une autre fiole jaugée à bouchon de verre (5.9) maintenue à 20 °C  $\pm$  0,1 °C dans le bain thermostaté (5.4). Placer la fiole sur l'agitateur (5.8) et agiter dans le bain chauffant à 150 °C durant 1 h. Si après 1 h des gels ou des particules en suspension sont détectés à l'examen visuel, éliminer la solution et préparer une nouvelle solution. En l'absence de gels ou de particules en suspension, poursuivre l'agitation à vitesse lente pendant 1 h supplémentaire.

Si la dissolution n'est pas complète après 2 h, il est possible de poursuivre l'agitation à 150 °C pendant encore 2 h mais cela doit être mentionné dans le rapport d'essai.