NORME INTERNATIONALE

ISO 1628-1

Troisième édition
2009-02-01

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

Partie 1: Principes généraux

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Part 1: General principles

ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-5300e39d3d5e/iso-1628-1-2009

Numéro de référence
ISO 1628-1:2009(F)

© ISO 2009

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 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-5300e39d3d5e/iso-1628-1-2009

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos iv
1 Domaine d'application 1
2 Références normatives 1
3 Définitions 1
4 Principe 5
5 Appareillage 5
6 Solutions 8
7 Température de mesurage 9
8 Mode opératoire 9
9 Expression des résultats 10
10 Rapport d'essai 11
Annexe A (normative) **Nettoyage de l'appareillage** 12
Annexe B (normative) **Remarques concernant les sources d'erreurs** 13
Bibliographie 17

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-5300e39d3d5e/iso-1628-1-2009

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ISO 1628-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1628-1:1998), dont elle constitue une révision mineure destinée en premier lieu à corriger une erreur dans le Paragraphe 9.1, alinéa 4 (commençant par: «La viscosité intrinsèque doit être calculée à partir des»), dans lequel, en ligne 3, «les valeurs de la viscosité intrinsèque» a été remplacé par «les valeurs de la viscosité inhérente».

ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a160131-30ec-4ed8-8d42-5300e39d3d5e/iso-1628-1-2009

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*

 © ISO 2009 – Tous droits réservés

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

Partie 1: Principes généraux

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 définit les conditions générales nécessaires pour déterminer la viscosité réduite, la viscosité intrinsèque et la valeur K des polymères organiques en solution diluée. Elle définit les paramètres normalisés qui sont appliqués au mesurage de la viscosité et qui peuvent être utilisés pour élaborer des normes concernant le mesurage de la viscosité de différents types de polymères en solution. Elle peut également être utilisée pour mesurer et exprimer les viscosités des polymères en solution qui ne font l'objet d'aucune norme distincte.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

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
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c1c0011-f38e-4e18-8d42-5300e39d3d5e/iso-1628-1-2009

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

ISO 3205, *Températures préférentielles d'essai*

ISO 80000-1, *Grandeurs et unités — Partie 1: Généralités*[1)]

ISO 80000-4, *Grandeurs et unités — Partie 4: Mécanique*

3 Définitions

3.1 Dimensions et unités

Les dimensions relatives aux propriétés définies dans la présente partie de l'ISO 1628 sont exprimées par L pour la longueur, M pour la masse et T pour le temps conformément à l'ISO 80000-1, et les unités appropriées dans lesquelles sont exprimées les propriétés sont données dans l'ISO 80000-1 et l'ISO 80000-4.

1) À publier. (Révision de l'ISO 31-0:1992)

© ISO 2009 – Tous droits réservés

3.2 Définitions applicables à tous les liquides

3.2.1
viscosité
viscosité d'un fluide soumis à un effort de cisaillement entre deux plaques parallèles dont l'une se déplace dans son propre plan par rapport à l'autre, suivant un mouvement rectiligne et constant, définie par l'équation de Newton:

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \tag{1}$$

où

τ est la contrainte de cisaillement;

η est la viscosité;

$\dot{\gamma}$ est le gradient de vitesse ou taux de cisaillement, donné par $\frac{\mathrm{d}v}{\mathrm{d}z}$, v étant la vitesse d'un plan par rapport à l'autre et z étant la coordonnée perpendiculaire aux deux plans

NOTE 1 L'équation aux dimensions de la viscosité est $ML^{-1}T^{-1}$.

NOTE 2 L'unité de viscosité est Pa·s.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE 3 Pour des raisons de commodité, il est plus pratique d'utiliser le sous-multiple 10^{-3} Pa·s.

NOTE 4 «Viscosité» est en général pris dans le sens de «viscosité newtonienne» auquel cas le rapport de la contrainte de cisaillement au gradient de vitesse est constant. Pour un comportement non newtonien, ce qui est le cas habituel des hauts polymères en solution, ce rapport varie avec le taux de cisaillement. De tels rapports sont souvent appelés «viscosités apparentes» au taux de cisaillement correspondant.

ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-5300e39d3d5e/iso-1628-1-2009

3.2.2
rapport viscosité/masse volumique
viscosité cinématique
ν
rapport défini par l'équation

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \tag{2}$$

où ρ est la masse volumique du fluide à la température à laquelle la viscosité est mesurée

NOTE 1 L'équation aux dimensions de la viscosité cinématique est L^2T^{-1}.

NOTE 2 L'unité de viscosité cinématique est $m^2 \cdot s^{-1}$.

NOTE 3 Pour des raisons de commodité, il est plus pratique d'utiliser le sous-multiple 10^{-6} $m^2 \cdot s^{-1}$, c'est-à-dire $mm^2 \cdot s^{-1}$.

3.3 Définitions applicables aux polymères en solution

3.3.1
viscosité relative
η_r
rapport de la viscosité de la solution de polymère (de concentration déterminée) η à la viscosité du solvant pur η_0 à la même température:

 © ISO 2009 – Tous droits réservés

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} \tag{3}$$

NOTE 1 Également appelée «rapport de viscosité».

NOTE 2 Ce rapport est sans dimension.

3.3.2
incrément de la viscosité relative
rapport de viscosité moins un:

$$\left(\frac{\eta}{\eta_0}\right) - 1 = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \tag{4}$$

NOTE 1 Également appelé «incrément du rapport de viscosité» ou «viscosité spécifique».

NOTE 2 L'incrément est sans dimension.

3.3.3
viscosité réduite
I
rapport de l'incrément du rapport de viscosité à la concentration de polymère c dans la solution:

$$I = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0\, c} \tag{5}$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE 1 Également appelée «indice de viscosité».

NOTE 2 L'équation aux dimensions de la viscosité réduite est L^3M^{-1}.

ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-
53033d3d5e/iso-1628-1-2009

NOTE 3 L'unité de viscosité réduite est m^3/kg.

NOTE 4 Pour des raisons de commodité, il est plus pratique d'utiliser le sous-multiple 10^{-3} m^3/kg, c'est-à-dire cm^3/g, les valeurs numériques les plus couramment citées pour la viscosité réduite (indice de viscosité) utilisant ces unités d'usage pratique.

NOTE 5 La viscosité réduite est déterminée habituellement à une faible concentration (inférieure à 5 kg/m^3, c'est-à-dire 0,005 g/cm^3), sauf dans le cas des polymères de faible masse moléculaire pour lesquels des concentrations plus élevées peuvent être nécessaires.

3.3.4
viscosité inhérente
rapport du logarithme népérien du rapport de viscosité à la concentration de polymère dans la solution:

$$\frac{\ln\left(\frac{\eta}{\eta_0}\right)}{c} \tag{6}$$

NOTE 1 Également appelée «indice logarithmique de viscosité».

NOTE 2 L'équation aux dimensions et les unités sont les mêmes que celles données en 3.3.3.

NOTE 3 La viscosité inhérente est déterminée habituellement à une faible concentration (inférieure à 5 kg/m^3, c'est-à-dire 0,005 g/cm^3), sauf dans le cas des polymères de faible masse moléculaire pour lesquels des concentrations plus élevées peuvent être nécessaires.

© ISO 2009 – Tous droits réservés

3.3.5
viscosité intrinsèque
$[\eta]$
valeur limite de la viscosité réduite ou de la viscosité inhérente pour une dilution infinie:

$$[\eta] = \lim_{c \to 0} \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \, c} \right)$$

$$[\eta] = \lim_{c \to 0} \frac{\ln \left(\frac{\eta}{\eta_0} \right)}{c} \tag{7}$$

NOTE 1 Également appelée «indice limite de viscosité».

NOTE 2 L'équation aux dimensions et les unités sont les mêmes que celles données en 3.3.3.

NOTE 3 L'effet du taux de cisaillement sur les fonctions définies de 3.3.1 à 3.3.5 n'est pas pris en compte car il est habituellement négligeable pour les valeurs de la viscosité réduite, de la viscosité inhérente et de la viscosité intrinsèque inférieures à 0,5 m^3/kg, c'est-à-dire 500 cm^3/g. À proprement parler, il convient de définir toutes ces fonctions à la valeur limite (de préférence infiniment faible) du taux de cisaillement.

3.3.6
valeur K
constante, indépendante de la concentration de la solution de polymère et propre à l'échantillon de polymère, qui constitue une mesure du degré moyen de polymérisation:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

$$\text{valeur } K = 1\,000k \tag{8}$$

NOTE 1 Selon H. Fikentscher[2], k est calculé comme suit:

ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-5300e39d3d5e/iso-1628-1-2009

$$\lg \eta_r = \left(\frac{75\,k^2}{1 + 150\,kc} + k \right) 100\,c$$

ce qui donne

$$k = \frac{1{,}5 \lg \eta_r - 1 + \sqrt{1 + \left(\frac{2}{c} + 2 + 1{,}5 \lg \eta_r \right) 1{,}5 \lg \eta_r}}{150 + 300\,c} \tag{9}$$

où

$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_0}$ est le rapport de viscosité (voir 3.3.1);

c est la concentration, en 10^3 kg/m^3 , c'est-à-dire en g/cm^3.

NOTE 2 L'indice limite de viscosité $[\eta]_k$ peut être calculé à partir de k:

$$[\eta]_k = 230{,}3 \left(75\,k^2 + k \right)$$

 © ISO 2009 – Tous droits réservés

4 Principe

Les données nécessaires à l'évaluation des fonctions définies en 3.3 sont obtenues au moyen d'un viscosimètre à tube capillaire. Les temps d'écoulement d'un volume donné de solvant t_0 et de solution t sont mesurés dans des conditions déterminées de température et de pression atmosphérique, dans le même viscosimètre. Le temps d'écoulement d'un liquide est lié à sa viscosité par l'équation de Poiseuille-Hagenbach-Couette:

$$v = \frac{\eta}{\rho} = Ct - \left(\frac{A}{t^2}\right) \tag{10}$$

où

v est le rapport de viscosité/masse volumique (voir 3.2.2);

C est une constante du viscosimètre;

A est un paramètre de correction d'énergie cinétique;

ρ est la masse volumique du liquide;

t est le temps d'écoulement.

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 1628, la correction d'énergie cinétique (A/t^2) doit être considérée comme négligeable lorsqu'elle est inférieure à 3 % de la viscosité du solvant. Par conséquent, l'Équation (10) peut être réduite à

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

$$v = \frac{\eta}{\rho} = Ct \tag{11}$$

ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-
f0b0b0a0d8b/iso-1628-1-2009

De plus, si les concentrations de la solution sont limitées au point que la masse volumique du solvant ρ_0 et celle de la solution ρ diffèrent l'une de l'autre de moins de 0,5 %, le rapport de viscosité η/η_0 sera donné par le «rapport des temps d'écoulement» t/t_0.

La pertinence de ces contraintes et les conséquences de leur non-respect sont abordées dans l'Annexe B.

5 Appareillage

5.1 Viscosimètre à capillaire, à niveau suspendu, de type Ubbelohde.

Il est vivement recommandé d'utiliser un viscosimètre ayant les dimensions données sur la Figure 1 ou la Figure 2 et de choisir la taille du viscosimètre parmi celles indiquées dans le Tableau 1. Ce choix est déterminé par le rapport de viscosité/masse volumique du solvant à la température de mesurage, tel qu'indiqué dans le Tableau 1. Le viscosimètre de dimensions immédiatement inférieures peut également être utilisé.

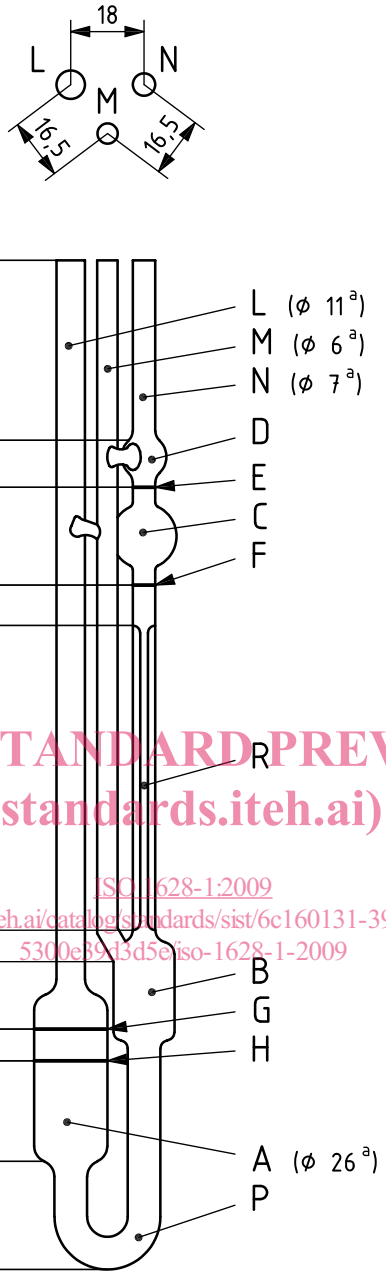
Les autres types de viscosimètres indiqués dans l'ISO 3105 peuvent être utilisés à condition qu'ils permettent d'obtenir des résultats équivalent à ceux fournis par la taille particulière du viscosimètre de type Ubbelohde choisie sur la base des critères spécifiés dans l'alinéa précédent. En cas de litige, un viscosimètre de type Ubbelohde doit être utilisé.

En utilisant un appareillage automatique équipé de chronomètres spéciaux, il est possible d'obtenir des résultats équivalents avec des capillaires de plus grandes dimensions que celles qui correspondent au rapport approprié de viscosité/masse volumique du solvant, dans le Tableau 1.

5.2 Porte-viscosimètre, permettant de maintenir fermement le viscosimètre en position verticale dans le bain thermostaté (5.3).

© ISO 2009 – Tous droits réservés

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-5300e39d3d5c/iso-1628-1-2009

Repères de graduation: E et F

Repères de remplissage: G et H

[a] Diamètre intérieur.

Figure 1 — Viscosimètre de type Ubbelohde

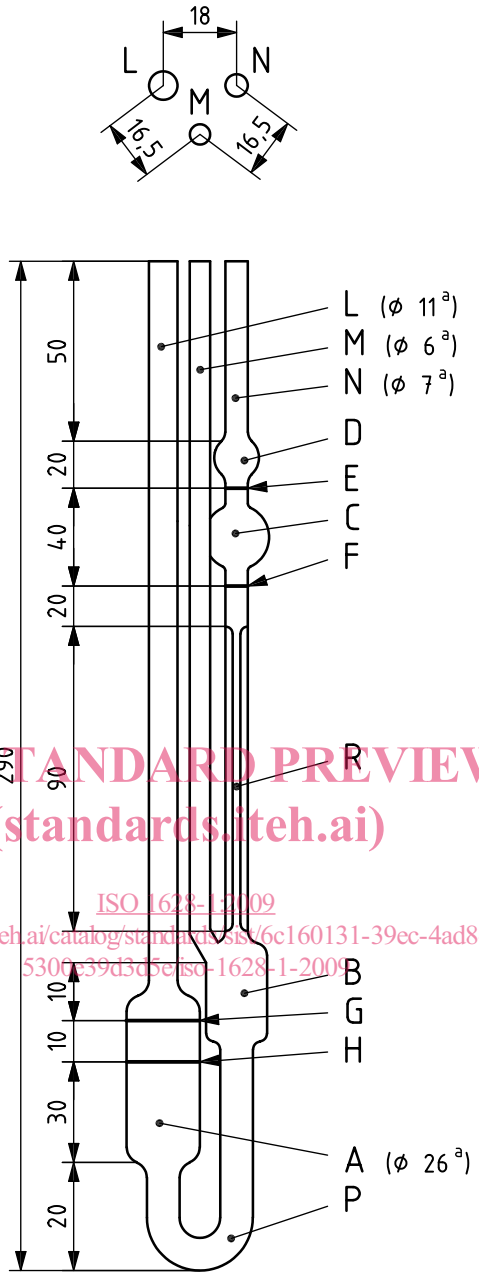
5.3 Bain thermostaté, consistant en un bain de vapeur ou de liquide transparent, de profondeur telle que, pendant le mesurage, aucune partie du liquide en essai ne se situera à moins de 20 mm, soit sous la surface de l'agent du bain, soit au-dessus du fond du bain.

La régulation de la température doit être telle que, dans la plage de 25 °C à 100 °C, la température du bain ne varie pas de plus de 0,05 °C par rapport à la température spécifiée, sur toute la longueur du viscosimètre, ou entre les différents viscosimètres utilisés lors de plusieurs déterminations simultanées.

Aux températures supérieures à 100 °C, la tolérance doit être de ± 0,2 °C.

© ISO 2009 – Tous droits réservés

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1628-1:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c160131-39ec-4ad8-8d42-5306c39d3d5c/iso-1628-1-2009

Repères de graduation: E et F

Repères de remplissage: G et H

[a] Diamètre intérieur.

Figure 2 — Viscosimètre de type Ubbelohde conforme à la norme DIN

5.4 Dispositif de mesurage de la température.

Un thermomètre «à immersion totale», à liquide en verre, gradué tous les 0,05 °C dans la plage à utiliser et dans un état déterminé d'étalonnage convient. D'autres dispositifs de mesurage de la température de précision au moins égale peuvent néanmoins être utilisés.

5.5 Chronomètre.

On peut utiliser n'importe quel chronomètre à condition qu'il soit gradué toutes les 0,1 s et que sa précision soit constante, à 0,1 % près, sur 15 min.

© ISO 2009 – Tous droits réservés