

61

NORME INTERNATIONALE



1157

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

Matières plastiques — Acétate de cellulose en solution diluée — Détermination de l'indice et du rapport de viscosité

Plastics — Cellulose acetate in dilute solution — Determination of viscosity number and viscosity ratio

Première édition — 1975-06-15

CDU 678.544.4 : 532.133

Réf. n° : ISO 1157-1975 (F)

Descripteurs : matière plastique, résine de cellulose, acétate de cellulose, solution, essai, essai physique, index de viscosité, viscosimètre.

Prix basé sur 3 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 61 a examiné la Recommandation ISO/R 1157 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1157-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1157 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	France	Pologne
Australie	Grèce	Roumanie
Autriche	Hongrie	Royaume-Uni
Belgique	Inde	Suède
Canada	Irlande	Suisse
Chili	Israël	Tchécoslovaquie
Colombie	Italie	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	U.R.S.S.
Espagne	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Finlande	Pays-Bas	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1157 en Norme Internationale :

Canada

Matières plastiques — Acétate de cellulose en solution diluée — Détermination de l'indice et du rapport de viscosité

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice et du rapport de viscosité de l'acétate de cellulose en solution diluée dans un mélange de dichlorométhane et de méthanol. Elle s'applique aux acétates de cellulose ayant un titre en acide acétique supérieur à 50 %.

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

2 PRINCIPE

Les temps d'écoulement du solvant et d'une solution d'acétate de cellulose à 0,005 g/ml sont mesurés à 25 °C selon des méthodes conventionnelles. L'indice et le rapport de viscosité sont calculés à partir de ces mesures et de la concentration connue de la solution. Les corrections de différences de masse volumique et d'énergie cinétique sont faibles dans cette méthode et ne sont pas appliquées.

3 SOLVANTS

3.1 Dichlorométhane, pur pour analyse, ayant une densité relative (20 °C/20 °C) comprise entre 1,321 et 1,331, et dont 95 % en volume, au minimum, distillent entre 39 et 40,5 °C, sous une pression de 1 013 mbar (760 mmHg).

3.2 Méthanol, pur pour analyse, ayant une densité relative (20 °C/20 °C) comprise entre 0,792 et 0,795 et un intervalle de distillation de 64,5 à 65,5 °C, sous une pression de 1 013 mbar (760 mmHg).

4 APPAREILLAGE

4.1 Fiole volumétrique, de 100 ml, avec bouchon rodé en verre.

4.2 Bain thermorégularisé, réglable à $25 \pm 0,05$ °C.

4.3 Viscosimètre à niveau suspendu, du type Ubbelohde, dont les dimensions principales sont indiquées sur la figure, ou tout autre type de viscosimètre dont il est prouvé qu'il donne les mêmes résultats.

4.4 Dessiccateur, contenant un agent dessiccateur convenable, tel que du chlorure de calcium anhydre.

4.5 Balance analytique, d'une précision de 0,000 1 g.

4.6 Chronomètre, permettant des lectures à 0,1 s près.

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Nettoyer le viscosimètre avant de l'utiliser, et après chaque lecture discordante, ainsi qu'à intervalles réguliers pendant son utilisation. Employer un mélange en volumes égaux d'acide sulfurique concentré et d'une solution saturée de dichromate de potassium dans l'eau.

Rincer ensuite le viscosimètre à l'eau, puis à l'acétone, et sécher dans un courant d'air exempt de poussière. Entre des déterminations successives satisfaisantes, laver le viscosimètre avec de l'acétone et sécher comme décrit ci-dessus.

5.2 Sécher une quantité convenable d'acétate de cellulose dans une étuve thermorégularisée à 105 ± 2 °C durant 3 h et laisser refroidir dans le dessiccateur (4.4).

5.3 Préparer le solvant en ajoutant 90 parties en volume de dichlorométhane (3.1) à 10 parties en volume de méthanol (3.2), en maintenant ces deux solvants à une température de $25 \pm 0,05$ °C.

5.4 Peser $0,5 \pm 0,000 5$ g d'acétate de cellulose sec à 0,000 1 g près et les transférer quantitativement dans la fiole volumétrique (4.1). Ajouter approximativement 60 ml de solvant en prenant soin d'éviter la formation de grumeaux, et boucher. Agiter le mélange avec précaution durant 5 min et placer la fiole dans le bain (4.2) à $25 \pm 0,05$ °C durant 55 min. Répéter ce cycle d'agitation et de repos et le poursuivre jusqu'à ce que l'acétate de cellulose soit complètement dissous. Maintenir la solution à $25 \pm 0,05$ °C et ajouter du solvant à la même température jusqu'à ce que le volume de la solution soit exactement de 100 ml. Fermer la fiole, agiter en la renversant plusieurs fois et laisser reposer durant 2 h.

5.5 Le temps d'écoulement de la solution et du solvant doit être déterminé dans le même viscosimètre.

5.5.1 Si un viscosimètre Ubbelohde est utilisé, suivre le mode opératoire décrit ci-après :

Introduire, à l'aide d'une pipette, le liquide contenu dans la fiole volumétrique (4.1) dans le tube 1 (voir figure) du viscosimètre, immergé dans le bain thermostatisé (4.2) à une profondeur d'environ 20 mm au-dessus de son repère de graduation supérieur, et maintenu de telle façon que le tube 2 soit vertical.

Le volume du liquide dans le viscosimètre doit être tel qu'après écoulement, le niveau s'établisse entre les deux repères de remplissage.

Après une attente d'au moins 10 min, amener le liquide approximativement au milieu du réservoir supérieur, par soufflage au moyen d'air exempt de poussière, ou par aspiration. Placer un doigt sur le tube 2 jusqu'à ce que le liquide coule de l'extrémité inférieure du capillaire. Enlever alors le doigt et mesurer l'intervalle de temps nécessaire au passage du ménisque d'un repère de graduation à l'autre.

Refouler ou aspirer le liquide dans le réservoir supérieur et mesurer à nouveau le temps d'écoulement.

5.5.2 Si un viscosimètre autre que le viscosimètre Ubbelohde est utilisé, le mode opératoire décrit ci-dessus doit être modifié en conséquence.

5.5.3 Prendre, comme temps d'écoulement de la solution, la moyenne de deux déterminations dont la différence est inférieure à 0,4 % du résultat le plus faible. Déterminer de la même manière le temps moyen d'écoulement du solvant.

Si la différence entre deux déterminations, sur un maximum de quatre, est supérieure à 0,4 % du résultat le plus faible, recommencer l'essai sur une nouvelle solution.

NOTES

1 Si l'indice et le rapport de viscosité doivent être rapportés à la longueur de la chaîne moléculaire, des comparaisons ne doivent être effectuées qu'entre des échantillons ayant des titres en acide acétique similaires.

2 Lorsque l'échantillon contient des plastifiants, adjuvants, charges, etc., qui peuvent altérer la mesure de la viscosité, ils devront être éliminés par des procédés au sujet desquels les deux parties se seront mises d'accord.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1 Le résultat doit, de préférence, être exprimé en indice de viscosité, donné en millilitres par gramme, par la formule

$$\frac{t_s - t_0}{t_0 c}$$

où

t_s est le temps d'écoulement de la solution, en secondes;

t_0 est le temps d'écoulement du solvant, en secondes;

c est la concentration, en grammes d'acétate de cellulose par millilitre de solution.

6.2 Le rapport de viscosité est donné par la formule

$$\frac{t_s}{t_0}$$

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) l'identification complète du produit étudié;
- b) les traitements éventuellement subis par l'échantillon avant l'essai;
- c) l'indice de viscosité, arrondi au 0,1 le plus proche, et/ou le rapport de viscosité;
- d) toutes conditions d'essai non prévues dans la présente Norme Internationale et susceptibles d'avoir agi sur les résultats.
- e) la température d'essai.

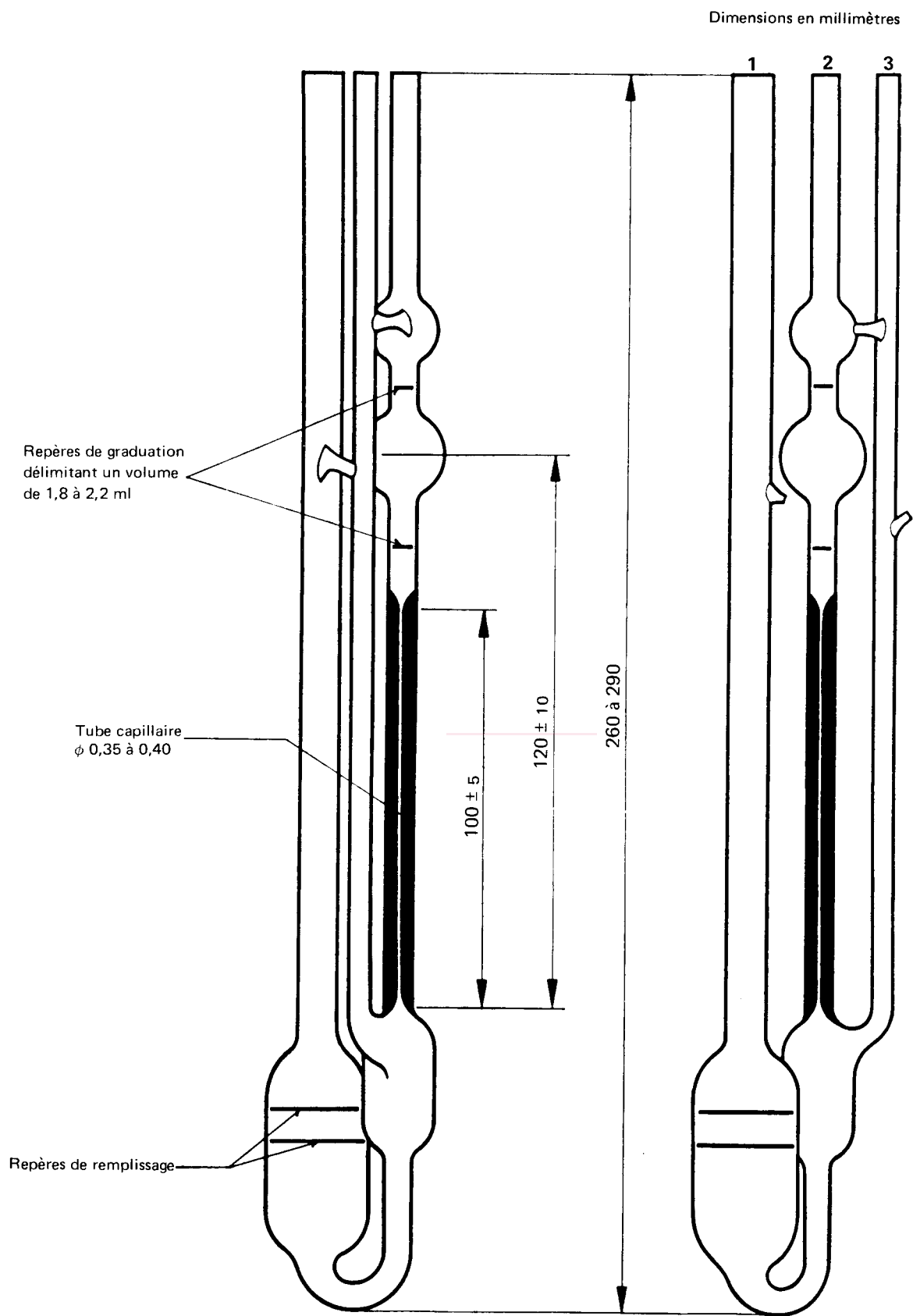


FIGURE – Viscosimètre Ubbelohde

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 1157:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/81bf4dc1-4740-4ed3-82b7-5ac79aff2ea7/iso-1157-1975>