



Matières plastiques — Polyéthylènes et polypropylènes en solution diluée — Détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité

Plastics — Polyethylenes and polypropylenes in dilute solution — Determination of viscosity number and of limiting viscosity number

Première édition — 1975-06-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 1191:1975](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea7e150a-427e-4480-8d6b-06d2284ea961/iso-1191-1975>

CDU 678.742 : 532.13

Réf. n° : ISO 1191-1975 (F)

Descripteurs : matière plastique, résine thermoplastique, polyéthylène, polypropylène, solution, essai, essai physique, indice de viscosité, viscosimètre.

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.

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 1191 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 1191-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1191 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pologne
Allemagne	Finlande	Roumanie
Australie	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Suède
Belgique	Inde	Suisse
Bésil	Iran	Tchécoslovaquie
Canada	Israël	U. R. S. S.
Chili	Italie	U. S. A.
Colombie	Japon	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1191 en Norme Internationale :

Canada
Royaume-Uni

Matières plastiques — Polyéthylènes et polypropylènes en solution diluée — Détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationales spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité des polyéthylènes et polypropylènes en solution diluée à 135 °C. Elle est applicable aux polyéthylènes de basse, moyenne et haute masse volumique et à une gamme étendue de polypropylènes comprenant des polymères purement isotactiques, syndiotactiques et atactiques.

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

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

Détermination du temps d'écoulement à 135 °C du solvant et d'une solution de polymère de concentration spécifiée. Calcul de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité à partir de ces mesures et de la concentration connue de la solution.

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

3 SOLVANT

Décahydronaphtalène, pur pour analyse, redistillé à une température inférieure ou égale à 65 °C et sous une pression d'environ 5 mbar avec des précautions convenables pour éviter une peroxydation, par exemple, distillation en présence d'hydroquinone.

Immédiatement après la redistillation, une quantité de 0,2 % (*m/m*) d'antioxydant peut être ajoutée pour inhiber l'oxydation pendant la détermination de la viscosité. La phényl- β -naphthylamine et le thio-bisméthyl-tertiaire butyl-phénol ont été trouvés satisfaisants. Un solvant stabilisé de cette façon donne des solutions de polymères qui résistent à l'oxydation à 135 °C durant plusieurs heures.

4 APPAREILLAGE

4.1 **Fiole jaugée** de 100 ml.

4.2 **Pipettes ou burettes** de 50 ml.

4.3 **Bain thermorégularisé** à $135 \pm 0,2$ °C.

4.4 **Bain thermorégularisé** à $20 \pm 0,1$ °C.

4.5 **Pycnomètre**.

4.6 **Viscosimètre Ubbelohde** dont les dimensions principales sont indiquées sur la figure. Le viscosimètre représenté sur cette figure a été jugé satisfaisant, 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.

4.7 **Étuve** pouvant être maintenue à 150 °C.

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

4.9 **Chronomètre** permettant des lectures à 0,1 s près.

5 ÉCHANTILLON POUR ESSAI

5.1 L'échantillon doit être sous forme de poudre sèche ou de très petits morceaux, pour faciliter la dissolution.

5.2 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).

NOTE — Dans ce cas, les indices pouvant être différents à cœur et en surface, il est possible

— soit de mesurer *l'indice de viscosité global* — Pour cela, réduire en très petits morceaux *la totalité* de l'objet, homogénéiser et effectuer un prélèvement pour dissolution;

— soit de mesurer *l'indice de viscosité en surface ou 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.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Nettoyage du viscosimètre

Nettoyer le viscosimètre (4.6) avant de l'utiliser et après chaque lecture discordante, ainsi qu'à intervalles réguliers pendant son utilisation. Employer un mélange à volumes égaux d'acide sulfurique concentré et d'une solution saturée de bichromate de potassium dans l'eau.

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

6.2 Détermination du temps d'écoulement du solvant

Déterminer le temps d'écoulement du solvant selon le mode opératoire indiqué en 6.5 pour la solution.

Utiliser, pour le calcul de l'indice, la valeur moyenne de trois lectures consécutives concordant à moins de 0,2 s.

6.3 Choix de la concentration de la solution de polymère

La concentration de la solution doit être telle que l'incrément de viscosité

$$\frac{\eta}{\eta_0} - 1 = \frac{t}{t_0} - 1$$

soit compris entre 0,2 et 1.

6.3.1 Si l'on connaît la valeur approximative de l'indice de viscosité du polymère, choisir, dans le tableau ci-après, la concentration convenable.

TABLEAU – Concentrations *c* à utiliser en fonction de l'indice de viscosité à mesurer

Indice de viscosité ml/g	Concentration <i>c</i> g/ml
40 à 200 exclu	0,005
200 à 1 000 inclus	0,001
1 000 (exclu) à 5 000	0,000 2

6.3.2 Si l'on ne connaît pas la valeur approximative de l'indice de viscosité du polymère, choisir la concentration de 0,001 g/ml, faire la mesure et, si l'indice trouvé n'est pas dans l'intervalle d'indices prévu, refaire une mesure avec la concentration correspondant à l'indice ainsi trouvé.

6.4 Préparation de la solution

6.4.1 Calculer, à 1 mg près, la masse *m* d'échantillon nécessaire au moyen de la formule

$$m = cVe$$

où

m est la masse, en grammes, de l'échantillon;

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

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

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

$$e = \frac{\rho_{20}}{\rho_{135}} = \frac{0,888}{0,802} = 1,107^*$$

6.4.2 Dans le récipient du viscosimètre, peser, à 0,2 mg près, la masse *m* d'échantillon ainsi calculée (par exemple, *m* = 0,0533 g pour la concentration de 0,001 g/ml).

Ajouter, au moyen de la pipette, le volume *V* de solvant prélevé dans la fiole jaugée (4.1) maintenue dans le bain thermorégularisé à 20 ± 0,1 °C (4.4). Boucher le récipient du viscosimètre (voir figure, croquis *b*) et le placer dans l'étuve (4.7) à 150 °C.

Procéder à la dissolution sous agitation continue durant 2 h, puis examiner la solution. Si des particules non dissoutes ou des gels sont présents, continuer l'agitation durant 2 h (et l'indiquer dans le procès-verbal d'essai).

6.5 Mesure 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, croquis *a*). Immerger rapidement le viscosimètre tout entier et le fixer en position aussi verticale que possible dans le bain thermorégularisé à 135 ± 0,2 °C (4.3) 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. Lorsque le ménisque passe à ce repère supérieur, déclencher le chronomètre (4.9) et mesurer le temps mis par le ménisque pour aller jusqu'au repère inférieur.

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

Mesurer plusieurs fois la durée 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.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Indice de viscosité (I.V.)

L'indice de viscosité, exprimé en millilitres par gramme, est calculé à l'aide de la formule

$$I.V. = \frac{t - t_0}{t_0 c}$$

où

t est la moyenne des temps d'écoulement de la solution, en secondes;

*t*₀ est la moyenne des temps d'écoulement du solvant, en secondes;

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

La valeur ainsi calculée doit être arrondie à l'unité.

7.2 Indice limite de viscosité (I.L.V. ou [η])

L'indice limite de viscosité, exprimé en millilitres par gramme, est calculé au moyen de la formule suivante (voir ISO/R 1628)

$$I.L.V. = [\eta] = \frac{I.V.}{1 + 0,27 \left(\frac{t - t_0}{t_0} \right)}$$

où *t* et *t*₀ ont la même signification qu'en 7.1.

La valeur ainsi calculée doit être arrondie à l'unité.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) l'identification complète du produit essayé (type, origine, nom déposé, etc);
- b) les traitements éventuellement subis par l'échantillon avant l'essai (broyage, découpage et s'il s'agit d'un produit fini, prélèvement en surface, à cœur, etc);
- c) éventuellement, à quelle partie de l'objet correspond l'échantillon (surface, cœur, mélange moyen) et quel indice était demandé (indice de surface, indice de cœur, indice global, etc.);
- d) le temps de chauffage pour la dissolution, si celui-ci est de 4 h;
- e) l'indice lui-même, c'est-à-dire :

l'indice de viscosité, avec indication entre parenthèses de la concentration utilisée, par exemple :

I.V. (0,001) = 380 ml/g

et/ou

l'indice limite de viscosité, par exemple :

I.L.V. = [η] = 345 ml/g

Iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1191:1975
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea7e150a-427e-4480-8d6b-06d2284ea961/iso-1191-1975>

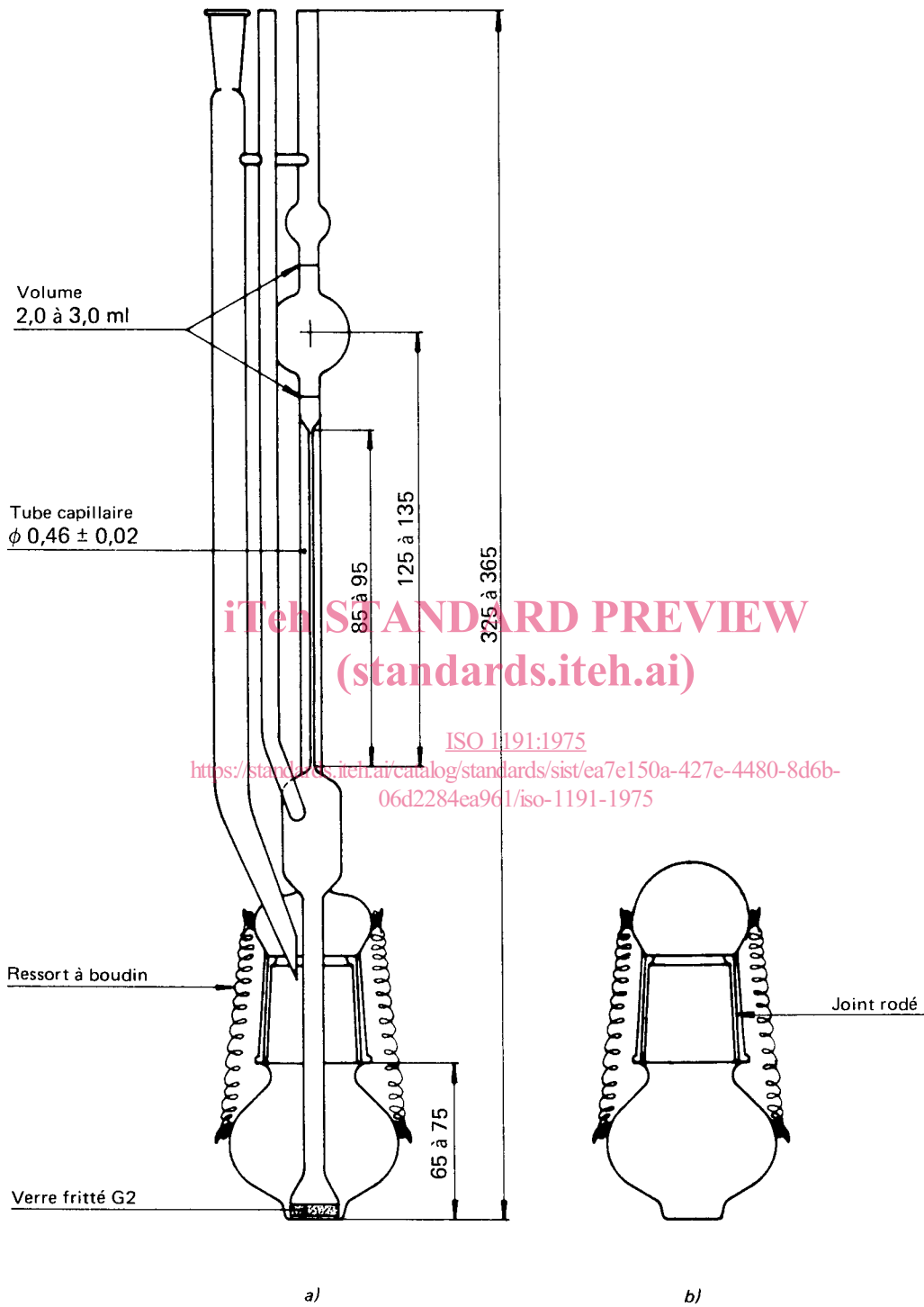


FIGURE — Viscosimètre Ubbelohde pour essais à haute température

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1191:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea7e150a-427e-4480-8d6b-06d2284ea961/iso-1191-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1191:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea7e150a-427e-4480-8d6b-06d2284ea961/iso-1191-1975>