

61

# NORME INTERNATIONALE 1228

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

## Matières plastiques — Poly(éthylène téréphtalate) en solution diluée — Détermination de l'indice de viscosité

*Plastics — Poly(ethylene terephthalate) in dilute solution — Determination of viscosity number*

Première édition — 1975-06-15

A zmmuler  
et donner  
ISO 1628/5-1986(F)

CDU 678.742.2 : 532.13

Réf. n° : ISO 1228-1975 (F)

**Descripteurs :** matière plastique, résine thermoplastique, polyéthylène téréphtalate, solution, essai, essai physique, indice 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 1228 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 1228-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1228 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Brésil	Japon	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	U.S.A.
France		

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1228 en Norme Internationale :

Canada  
Royaume-Uni

# Matières plastiques — Poly(éthylène téréphtalate) en solution diluée — Détermination de l'indice de viscosité

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité d'une solution de poly(éthylène téréphtalate) dans l'*o*-chlorophénol.

NOTE — Pour la définition de l'indice de viscosité et pour les autres 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 de résine à la concentration de 0,01 g/ml sont mesurés à 25 °C par des méthodes conventionnelles et l'indice de viscosité est calculé 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 SOLVANT

*o*-chlorophénol (qualité analytique), dont la teneur en eau doit être inférieure à 0,15 % et le point de congélation supérieur à 8 °C.

Tout autre solvant donnant les mêmes résultats peut être utilisé à condition qu'il soit conforme aux exigences du tableau 2 de l'ISO/R 1628.

Un tel solvant peut être un mélange de phénol et de tétrachloréthane, dans un rapport de 1 : 1 à 2 : 1.

NOTE — L'*o*-chlorophénol étant quelque peu toxique, prendre soin d'éviter tout contact avec la peau ou les yeux, ou d'en respirer les vapeurs.

## 4 APPAREILLAGE

4.1 **FiOLE jaugée** de 100 ml, avec bouchon rodé en verre.

4.2 **Bain-marie** à chauffage électrique avec agitateur magnétique capable de maintenir une température de 90 à 100 °C.

4.3 **Bain thermostatique**, réglé à  $25 \pm 0,05$  °C.

4.4 **Viscosimètre** à niveau suspendu de type Ubbelohde, dont les dimensions principales sont indiquées sur la figure, ou tout autre type de viscosimètre conforme aux exigences de l'ISO/R 1628, en particulier celles du tableau 1.

4.5 **Étuve à vide**, dont la pression est inférieure à 1,333 mbar (1 mmHg) et la température est égale à  $100 \pm 2$  °C.

4.6 **Dessiccateur**.

4.7 **Tamis en acier inoxydable** de 63 à 90 µm d'ouverture de mailles, ou entonnoir filtrant en verre fritté ayant des pores de 50 à 100 µm de diamètre.

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

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

## 5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Nettoyer le viscosimètre (4.4) avant de l'utiliser et après des lectures discordantes ainsi qu'à intervalles réguliers pendant son utilisation.

Après des lectures discordantes, vider le viscosimètre de toute solution résiduelle, le laver soigneusement avec du chloroforme, puis de l'acétone, et le sécher par un courant d'air exempt de poussières. Puis, comme avant sa première utilisation, le laver avec un mélange en volumes égaux d'acide sulfurique concentré et d'une solution saturée de bichromate de potassium dans l'eau. Rincer ensuite à l'eau, puis à l'acétone et le sécher à nouveau par un courant d'air exempt de poussières.

Entre des déterminations successives satisfaisantes, laver le viscosimètre avec le même solvant que celui utilisé pour la détermination, puis avec l'acétone et sécher comme indiqué ci-dessus.

Si la solution suivante à mesurer est pratiquement de même viscosité, il est permis de vider le viscosimètre, de le laver avec la solution à mesurer, puis de le remplir avec la solution à mesurer.

5.2 S'il est nécessaire d'abaisser la teneur en eau du polymère à moins de 0,5 %, sécher le polymère dans l'étuve (4.5) à 100 °C durant 3 h à une pression inférieure à 1,333 mbar (1 mmHg) et le laisser refroidir dans un dessiccateur. En peser  $1,0 \pm 0,002$  g, à 0,000 2 g près, et transférer quantitativement dans la fiole jaugée de 100 ml (4.1) bouchée, ajouter 60 ml de solvant et chauffer au bain-marie (4.2), en agitant jusqu'à ce que l'échantillon soit dissous.

Éviter un chauffage prolongé qui peut provoquer une dégradation thermique du polymère. Refroidir à 20 °C, compléter le volume à 100 ml avec du solvant à 20 °C et bien agiter (si on utilise un agitateur magnétique dans la fiole jaugée, il est nécessaire de déterminer à l'avance son déplacement de solvant à 20 °C pour ajuster la solution au 0,01 g/ml désiré; la masse de 1,0 ± 0,002 g de résine doit être réduite en proportion de la réduction du solvant, ou bien le volume déplacé de solvant à 20 °C doit être ajouté au-dessus du repère des 100 ml).

**5.3** Filtrer la solution à travers l'entonnoir filtrant en verre fritté ou le tamis (4.7) directement dans le tube 1 du viscosimètre (voir figure), qui doit être immergé dans le bain maintenu à 25 ± 0,05 °C à une profondeur d'environ 20 mm au-dessus de la graduation supérieure, 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 se trouve entre les deux repères de remplissage. Après 15 min au moins, souffler ou aspirer le liquide, au moyen d'air exempt de poussières, dans le réservoir supérieur jusqu'à ce qu'il atteigne approximativement le milieu de ce réservoir. Placer ensuite un doigt sur le tube 2 jusqu'à ce que le liquide coule de l'extrémité inférieure du capillaire.

Après avoir enlevé le doigt, mesurer le temps nécessaire pour le passage du ménisque entre les deux repères de graduation. Souffler ou aspirer ensuite le liquide dans le réservoir supérieur et mesurer à nouveau le temps d'écoulement de la solution.

Prendre comme temps d'écoulement de la solution, la moyenne des deux déterminations qui ne doivent pas différer de plus de 0,4 %. Déterminer, de la même manière, le temps moyen d'écoulement du solvant.

## 6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$\text{Indice de viscosité} = \frac{t_s - t_0}{t_0 c}$$

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 de résine, en grammes par millilitre de solution.

L'indice de viscosité ainsi calculé est arrondi au nombre entier le plus proche.

## 7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) l'identification complète de l'échantillon;
- b) l'indice de viscosité arrondi au nombre entier le plus proche;
- c) préciser si des viscosimètres et solvants autres que ceux spécifiés ont été utilisés;
- d) les traitements éventuels de l'échantillon avant essai;
- e) la date de l'essai.

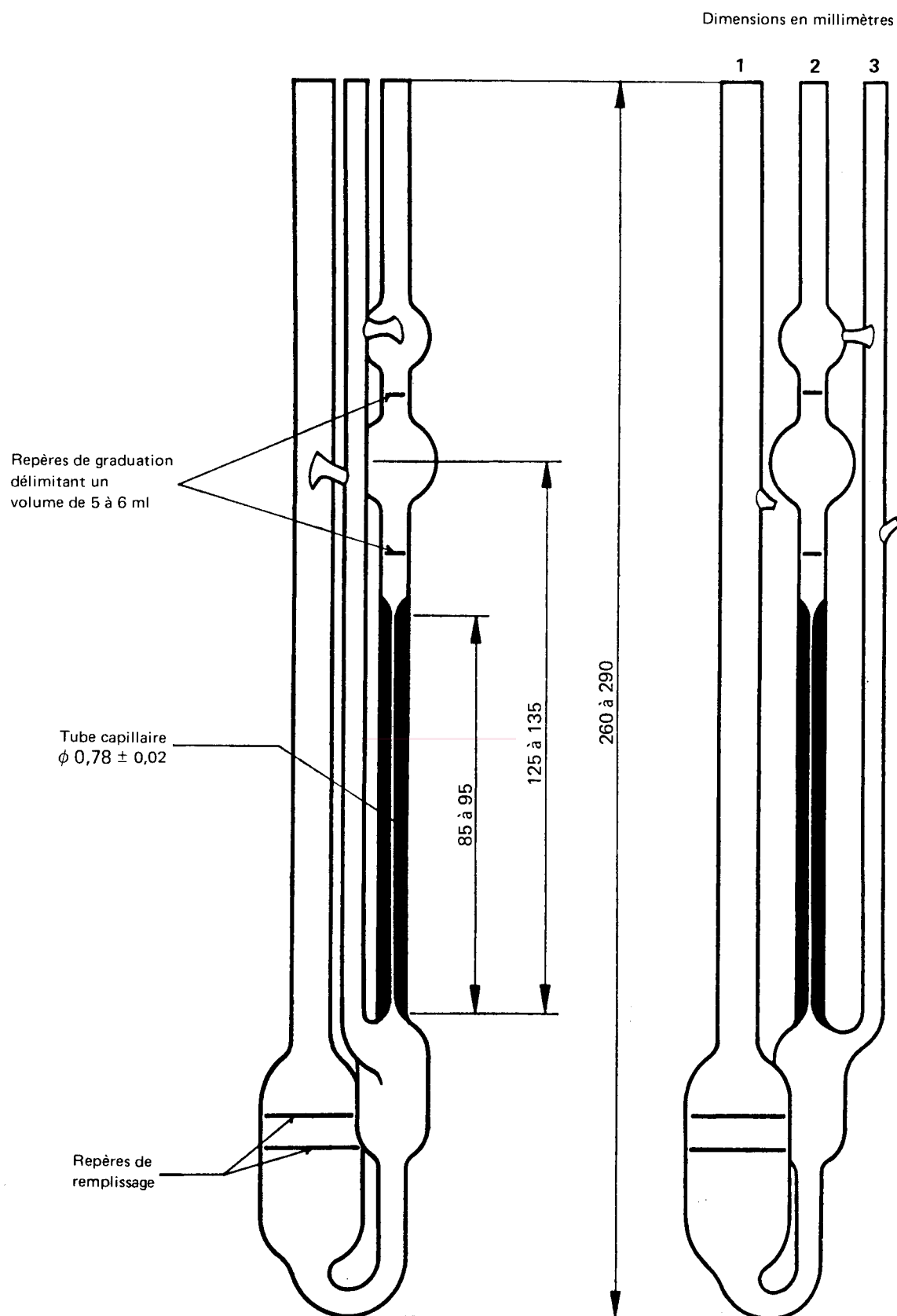


FIGURE – Viscomètre Ubbelohde



