
NORME INTERNATIONALE



1233

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

Matières plastiques — Détermination de l'indice de viscosité des polymères et copolymères du méthacrylate de méthyle en solution diluée

Plastics — Determination of viscosity number of methyl methacrylate polymers and copolymers in dilute solution

Première édition — 1975-09-15

CDU 678.744.3 : 532.13

Réf. n° : ISO 1233-1975 (F)

Descripteurs : matière plastique, indice de viscosité, polymère, copolymère, copolymère acrylique, méthacrylate de méthyle, méthode viscosimétrique.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

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.

La Norme Internationale ISO 1233 (précédemment ISO/DIS 824) a été établie par le Comité Technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et soumise aux Comités Membres en août 1969.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Israël	Royaume-Uni
Allemagne	Italie	Suède
Belgique	Japon	Suisse
Canada	Nouvelle-Zélande	Turquie
France	Pays-Bas	U.R.S.S.
Grèce	Pologne	U.S.A.
Hongrie	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Matières plastiques — Détermination de l'indice de viscosité des polymères et copolymères du méthacrylate de méthyle en solution diluée

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité du polyméthacrylate de méthyle, ou des copolymères dans lesquels le constituant principal est le méthacrylate de méthyle, en solution diluée dans le chloroforme.

NOTE — Pour la définition de l'indice de viscosité et autres termes, définitions et formules, se reporter à 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 sont mesurés à 25 °C selon des méthodes conventionnelles. La concentration de la résine est choisie de sorte que le rapport du temps d'écoulement de la solution à celui du solvant soit égal à 1,2 au moins et inférieur à 1,4. L'indice de viscosité est calculé à partir de ces mesures et de la concentration connue de la solution. Les erreurs dues aux différences de masse volumique et d'énergie cinétique sont faibles dans cette méthode et des corrections ne sont pas appliquées.

3 SOLVANT

Chloroforme bidistillé, fraction passant entre 60,5 et 61,5 °C, sous une pression de 1 013 mbar (760 mmHg), recueillie dans une bouteille en verre foncé et conservée à l'obscurité.

4 APPAREILLAGE

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

4.2 Entonnoir filtrant à plaque en verre fritté, présentant des pores de diamètre maximal 40 µm.

4.3 Bain thermorégularisé, maintenu à 25 ± 0,05 °C.

4.4 Viscosimètre à niveau suspendu, du type Ubbelohde, dont les dimensions principales sont indiquées sur la figure.¹⁾

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 (4.4) avant de l'utiliser et après chaque lecture discordante ainsi qu'à intervalles réguliers au cours de son utilisation. Employer un mélange à 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 le sécher dans un courant d'air exempt de poussière. Entre les déterminations successives satisfaisantes, laver le viscosimètre avec de l'acétone et le sécher comme décrit ci-dessus.

5.2 Peser une quantité de résine comprise entre 0,2 et 0,3 g à 0,000 1 g près et la transférer quantitativement dans la fiole jaugée (4.1). Ajouter approximativement 60 ml de solvant en prenant soin d'éviter la formation de grumeaux, et boucher.

Pour un contrôle de routine et pour la recherche de la concentration convenable, agiter le mélange avec précaution jusqu'à ce que la résine soit complètement dissoute. Le mélange peut être chauffé légèrement pour faciliter la dissolution. Pour des déterminations de référence, agiter doucement le mélange jusqu'à ce que la résine soit complètement dissoute, puis laisser reposer la solution durant 16 ± 0,5 h. Thermorégulariser la solution à 25 ± 0,05 °C et ajouter du solvant à 25 ± 0,05 °C jusqu'à ce que le volume de la solution soit exactement de 100 ml.

Le résultat du mesurage du temps d'écoulement de la solution doit être de 20 à 40 % supérieur à celui du temps d'écoulement du solvant. Si cette condition n'est pas remplie au moment du choix initial de la concentration, il faut modifier cette concentration en conséquence.

1) Dans certains cas, des viscosimètres ayant des dimensions autres que celles données dans les figures peuvent être nécessaires pour limiter l'influence du taux de cisaillement. Ces dimensions doivent alors être indiquées nettement dans le procès-verbal d'essai. Elles doivent permettre de respecter les conditions opératoires prescrites dans l'ISO/R 1628.

5.3 Les temps d'écoulement de la solution et du solvant doivent être déterminés dans le même viscosimètre immergé de façon convenable dans le même bain thermorégularisé, ou un autre bain maintenu à $25 \pm 0,05$ °C.

5.3.1 Si un viscosimètre Ubbelohde est utilisé, suivre le mode opératoire décrit ci-après : filtrer le liquide à travers l'entonnoir filtrant à plaque en verre fritté (4.2) directement dans le tube (1) (voir la figure) du viscosimètre, immergé dans le bain thermorégularisé (4.3) à une profondeur de 20 mm environ au-dessus de son repère de graduation supérieur et maintenu de 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 séparant le 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.

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

5.3.3 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.

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.

Déterminer de la même manière le temps moyen d'écoulement du solvant.

NOTES

1 Si l'échantillon contient des charges, déterminer la quantité de celles-ci (par exemple, en réduisant en cendres une portion de l'échantillon) et utiliser la valeur corrigée pour calculer la concentration du polymère. La solution à essayer doit être clarifiée dans une centrifugeuse à grande vitesse.

2 Les échantillons contenant plus de 1 % d'additifs solubles doivent être soumis à une extraction par un solvant convenable tel que l'éther, l'éther de pétrole, ou le cyclohexane, séchés jusqu'à départ total du solvant d'extraction et ensuite traités comme indiqué au chapitre 5. Une telle extraction peut enlever des oligomères, et l'élimination complète du solvant est difficile. Les résultats obtenus par cette voie doivent être utilisés avec précaution. Calculer la masse corrigée du polymère dans la solution comme indiqué en note 1.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

$$\frac{t_s - t_o}{t_o C}$$

où

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

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

C est la concentration, en grammes de résine par millilitre de solution.

6.2 Toutefois, le résultat peut également être exprimé en indice limite de viscosité, avec les mêmes unités, à savoir : en millilitres par gramme. Cette expression est utile pour les polymères dont les différents types commerciaux nécessitent l'utilisation de plus d'une concentration (voir chapitre 2).

L'indice limite de viscosité peut être calculé au moyen de l'équation approchée suivante :

$$\frac{I.V.}{1 + k (I.V. \times C)}$$

où

k est une constante conventionnellement admise comme égale à 0,3;

I.V. est l'indice de viscosité, en millilitres par gramme;

C est la concentration, en grammes de résine par millilitre de solution.

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) l'identification complète de l'échantillon étudié;
- b) les traitements éventuellement subis par l'échantillon avant l'essai;
- c) l'indice de viscosité, arrondi au nombre entier le plus proche, et la concentration utilisée;
- d) toutes conditions d'essai non prévues dans la présente Norme Internationale et susceptibles d'avoir agi sur les résultats;
- e) la porosité du filtre en verre utilisé;
- f) l'identification de la méthode d'essai, par référence à la présente Norme Internationale ou à la norme nationale équivalente.

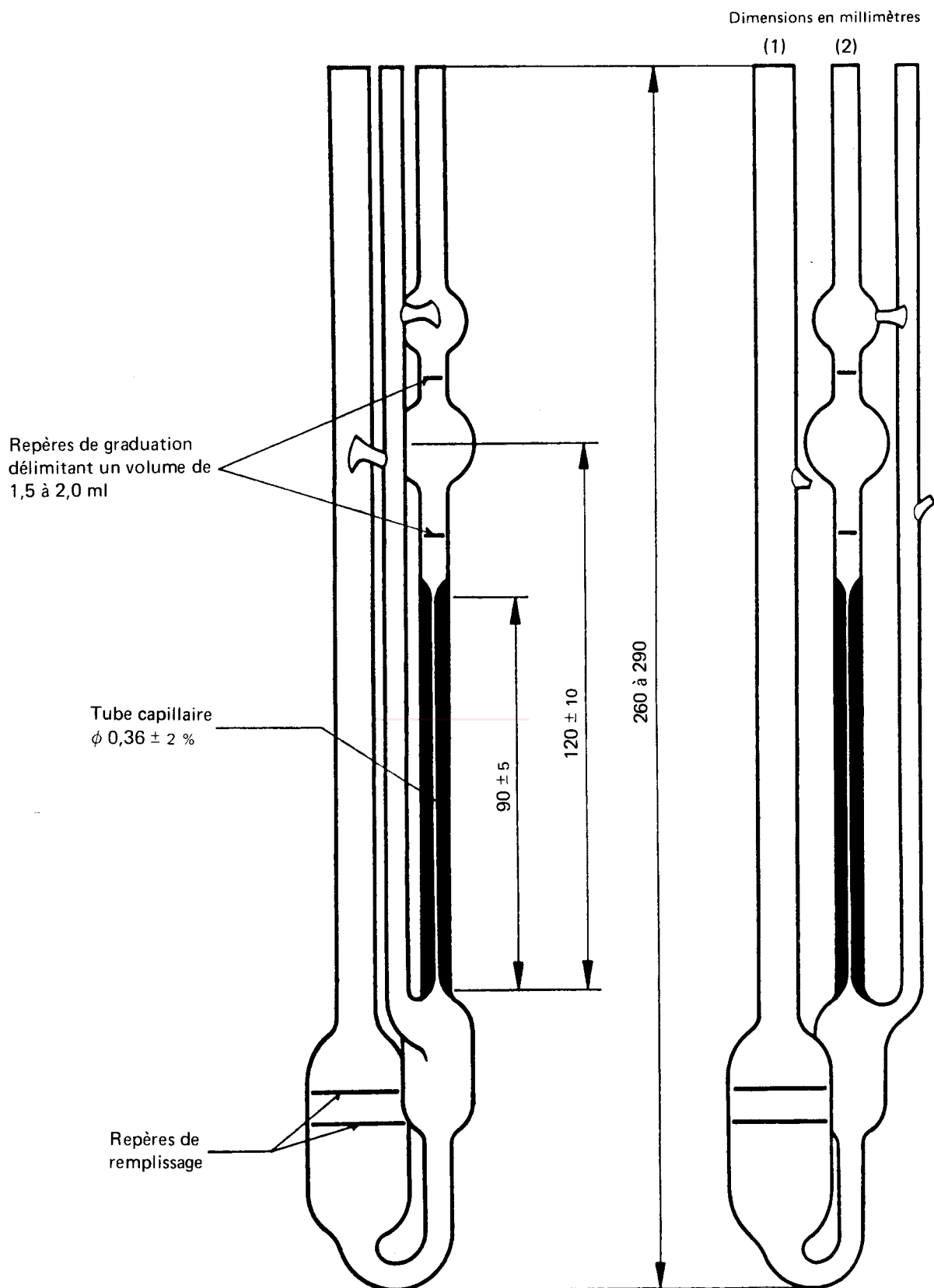


FIGURE – Viscosimètre Ubbelohde

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1233:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80de21a9-66ed-40aa-86dd-f3a9c924874c/iso-1233-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1233:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80de21a9-66ed-40aa-86dd-f3a9c924874c/iso-1233-1975>