



Plastiques — Principes directeurs pour la normalisation des méthodes de détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité des polymères en solution diluée — Partie 1: Conditions générales

Guidelines for the standardization of methods for the determination of viscosity number and limiting viscosity number of polymers in dilute solution — Part 1: General conditions

[ISO 1628-1:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a4ceed5-b0cc-4ebc-86e0-62bfd7ee279a/iso-1628-1-1984)

Première édition — 1984-11-01

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a4ceed5-b0cc-4ebc-86e0-62bfd7ee279a/iso-1628-1-1984>

p. 9

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 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1628/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1628-1970, dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1628-1:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a4ccc03-b0cc-4ebc-86e0-62bfd7ee279a/iso-1628-1-1984>

Plastiques — Principes directeurs pour la normalisation des méthodes de détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité des polymères en solution diluée —

Partie 1: Conditions générales

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 définit les conditions générales de détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité des polymères organiques en solution diluée.

Elle contient les principes à utiliser pour l'établissement des normes de mesure de la viscosité de chaque type particulier de polymère.

De plus, la présente Norme internationale peut servir de guide pour la mesure et l'expression des viscosités de polymères pour lesquels il n'existe pas de norme particulière.

Les annexes A et B fournissent des détails sur, d'une part, le nettoyage des appareils et, d'autre part, les principales sources d'erreur.

2 Références

ISO 31/3, *Grandeurs et unités de mécanique*.

ISO 3105, *Viscosimètres à capillaire, en verre, pour viscosité cinématique — Spécifications et mode d'emploi*.

ISO 3205, *Températures préférentielles d'essai*.

3 Définitions et unités

3.1 Définitions applicables à tous les liquides

3.1.1 viscosité, viscosité dynamique, η :

La viscosité d'un fluide cisailé entre deux plans parallèles, dont l'un se déplace par rapport à l'autre d'un mouvement linéaire et uniforme dans son propre plan, est définie par l'équation de Newton:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad \dots (1)$$

où

τ est la contrainte de cisaillement;

η est la viscosité;

$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dz}$ est le gradient de vitesse ou taux de cisaillement

(v étant la vitesse d'un plan par rapport à l'autre, et z la coordonnée perpendiculaire aux deux plans).

Voir ISO 31/3.

NOTE — Le terme viscosité est, en général, pris dans le sens de « viscosité newtonienne ». Dans ce cas, le rapport de la contrainte de cisaillement au gradient de vitesse est constant. Dans le cas d'un comportement non newtonien, ce qui est le cas habituel des solutions de hauts polymères, ce rapport varie avec le gradient de vitesse. De tels rapports sont souvent appelés « viscosités apparentes » aux gradients de vitesse correspondants.

L'équation aux dimensions de la viscosité est

$$ML^{-1}T^{-1}$$

et les unités sont

— Système international: Pa·s

— Pour l'usage pratique, l'utilisation du sous-multiple 10^{-3} Pa·s est plus commode. Cette sous-unité correspond à l'unité centipoise (cP) dont l'emploi n'est plus recommandé.

3.1.2 rapport viscosité/masse volumique; viscosité cinématique, ν :

Ce rapport est défini par l'équation

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad \dots (2)$$

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

L'équation aux dimensions est

$$L^2T^{-1}$$

et les unités sont

— Système international: $m^2 \cdot s^{-1}$

— Pour l'usage pratique, l'utilisation du sous-multiple $10^{-6} m^2 \cdot s^{-1}$, c'est-à-dire $mm^2 \cdot s^{-1}$, est plus commode. Cette sous-unité correspond à l'unité centistoke (cSt) dont l'emploi n'est plus recommandé.

3.2 Définitions applicables aux solutions des polymères

3.2.1 rapport de viscosité (appelé autrefois viscosité relative): Rapport de la viscosité η d'une solution de polymère (à

concentration définie) à celle η_0 du solvant pur, à la même température:

$$\frac{\eta}{\eta_0} \dots (3)$$

Il s'agit d'une grandeur sans dimension.

3.2.2 incrément du rapport de viscosité (appelé autrefois viscosité spécifique): Rapport de viscosité, diminué de 1:

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

Il s'agit d'une grandeur sans dimension.

3.2.3 indice de viscosité, I.V. (appelé autrefois nombre de viscosité ou viscosité réduite): Rapport de l'incrément du rapport de viscosité à la concentration c du polymère dans la solution:

$$\text{I.V.} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c} \dots (5)$$

L'équation aux dimensions est

$$M^{-1}L^3$$

et les unités sont

- Système international: m^3/kg
- Pour l'usage pratique, l'utilisation du sous-multiple ml/g (1 ml/g = $10^{-3} m^3/kg$) est plus commode.

L'indice de viscosité est généralement déterminé à faible concentration (moins de 0,01 g/ml), excepté dans le cas de polymères de faible masse molaire pour lesquels de plus fortes concentrations peuvent être nécessaires.

3.2.4 indice logarithmique de viscosité (appelé autrefois viscosité inhérente): Rapport du logarithme népérien du rapport de viscosité à la concentration c du polymère dans la solution:

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

Les dimensions et unités sont les mêmes que celles indiquées en 3.2.3.

L'indice logarithmique de viscosité est généralement déterminé à faible concentration (moins de 0,01 g/ml), excepté dans le cas de polymères de faible masse molaire pour lesquels de plus fortes concentrations peuvent être nécessaires.

3.2.5 indice limite de viscosité, $[\eta]$ (appelé autrefois viscosité intrinsèque): Valeur limite de l'indice de viscosité ou de l'indice logarithmique de viscosité à dilution infinie:

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c} \right) \dots (7)$$

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

Les dimensions et unités sont les mêmes que celles indiquées en 3.2.3.

NOTE — L'influence du gradient de vitesse sur les fonctions définies en 3.2.1 à 3.2.5 a été négligée, étant donné que cette influence est d'ordre négligeable pour les valeurs de l'indice de viscosité, de l'indice logarithmique de viscosité et de l'indice limite de viscosité inférieures à 500 ml/g. Pour être données avec rigueur, toutes ces fonctions devraient être définies à la valeur limite (de préférence, infiniment faible) du gradient de vitesse.

4 Mesurages

Les éléments nécessaires au calcul des fonctions définies en 3.2 sont obtenus au moyen d'un viscosimètre à tube capillaire. Les temps d'écoulement d'un volume donné de solvant (t_0) et de la solution (t) sont mesurés dans des conditions de température et de pression atmosphérique données, dans le même viscosimètre.

Le temps d'écoulement d'un liquide est lié à la viscosité par l'équation de Poiseuille-Hagenbach-Couette:

$$v = \frac{\eta}{\rho} = kt - \left(\frac{A}{t}\right) \dots (8)$$

- k est une constante du viscosimètre;
- A est le paramètre de correction d'énergie cinétique;
- ρ est la masse volumique du liquide.

Cette équation peut être réduite à

$$v = \frac{\eta}{\rho} = kt \dots (9)$$

si la correction d'énergie cinétique $\frac{A}{t}$ peut être négligée.

Dans la présente Norme internationale, le terme $\frac{A}{t}$ est considéré comme négligeable lorsqu'il est inférieur à 3 % de la viscosité du solvant (voir annexe B). Si cette condition est acceptée et si les masses volumiques du solvant (ρ_0) et de la solution (ρ) diffèrent de moins de 0,5 %, le « rapport de viscosité » $\frac{\eta}{\eta_0}$ est donné par le « rapport des temps d'écoulement » $\frac{t}{t_0}$.

5 Appareillage

5.1 Viscosimètre capillaire, à niveau suspendu, du type Ubbelohde. L'utilisation d'un viscosimètre ayant les dimensions

Tableau 1 — Viscosimètres Ubbelohde recommandés pour la détermination de la viscosité des solutions diluées de polymères.

Rapport viscosité/masse volumique du solvant à la température de mesurage	Diamètre du capillaire	Volume du réservoir C	Diamètre intérieur du tube P	Modèle du viscosimètre selon l'ISO 3105
mm ² /s	mm (± 2 %)	ml (± 5 %)	mm (± 5 %)	
0,15 à 0,30	0,24	1,0	6,0	0
0,31 à 0,50	0,36	2,0	6,0	0C
0,51 à 0,75	0,46	3,0	6,0	0B
0,76 à 1,50	0,58	4,0	6,0	1
1,51 à 2,50	0,73	4,0	6,0	1C
2,51 à 5,00	0,88	4,0	6,0	1B
5,01 à 15,00	1,03	4,0	6,0	2

données sur la figure est vivement recommandé. De plus, il est fortement recommandé de choisir les autres dimensions essentielles du viscosimètre parmi celles indiquées dans le tableau 1. Le choix est déterminé par le rapport viscosité/masse volumique du solvant à la température à laquelle a lieu le mesurage, comme indiqué dans le tableau 1. Le viscosimètre de dimensions immédiatement inférieures peut aussi être utilisé.

NOTE — Les autres types de viscosimètres indiqués dans l'ISO 3105 peuvent être utilisés à condition qu'ils donnent les mêmes résultats que les viscosimètres Ubbelohde spécifiés en 5.1. Cependant, en cas de litige, les viscosimètres Ubbelohde doivent être utilisés.

5.2 Porte-viscosimètres, pour maintenir fermement les viscosimètres en position verticale dans le bain thermorégularisé.

5.3 Bain thermorégularisé, transparent, de liquide ou de vapeur, de profondeur suffisante pour que, pendant le mesurage, aucune portion du prélèvement ne soit à 20 mm en dessous de la surface du bain, ni à moins de 20 mm du fond du bain.

La régulation de la température doit être telle que, dans l'intervalle de 25 à 100 °C, la température du bain durant la période de mesurage ne diffère pas de la température désirée de plus de 0,05 °C d'un point à un autre du viscosimètre, ni entre deux viscosimètres.

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

5.4 Dispositif de mesure de la température: Thermomètre à colonne liquide en verre, du type «à immersion totale», permettant de lire à 0,05 °C près dans l'intervalle d'utilisation et préalablement étalonné. D'autres dispositifs thermométriques peuvent être utilisés s'ils ont une précision au moins égale.

5.5 Dispositif de chronométrage: Tout dispositif de chronométrage peut être utilisé pourvu que son affichage permette les lectures à 0,2 s près, ou mieux, et que sa vitesse soit constante à ± 0,1 % sur une durée de 15 min.

6 Solutions

6.1 Préparation des solutions

La dissolution de l'échantillon de polymère dans le solvant doit donner des solutions «vraies», pratiquement exemptes de

microgels ou de micromolécules associées. De plus, la dégradation du polymère doit être réduite au minimum. Pour ces raisons, il est nécessaire que le mode opératoire soit précisé très exactement, et il est recommandé de mentionner les facteurs suivants:

- le solvant utilisé et, s'il y a lieu, son prétraitement;
- l'appareillage et le mode d'agitation utilisés;
- l'intervalle de température dans lequel le système est maintenu pendant la préparation de la solution;
- le temps nécessaire pour dissoudre complètement le polymère sans dégradation ou à dégradation constante;
- le stabilisant et/ou l'atmosphère protectrice utilisée;
- les conditions de filtration de la solution, le cas échéant.

6.2 Concentration

Lorsqu'il n'existe pas de norme, une grande attention doit être accordée, outre aux facteurs ci-dessus, au choix du solvant et de la concentration de la solution. La concentration de la solution doit être telle que le rapport du temps d'écoulement t de la solution au temps d'écoulement t_0 du solvant soit au moins de 1,2 et soit inférieur à 2,0 (voir la note).

Plusieurs concentrations peuvent donc être employées pour un système polymère-solvant donné, selon la masse molaire de l'échantillon de polymère en essai.

La concentration est exprimée, de préférence, en grammes de polymère par millilitre de solution (g/ml).

NOTE — Une limite inférieure de 1,2 est nécessaire afin d'obtenir une précision suffisante sur la différence des temps d'écoulement. La limite supérieure de 2,0 est recommandée parce que, pour une masse molaire élevée, il peut se présenter, aux concentrations usuelles, des effets de cisaillement et de non-linéarité de l'indice de viscosité en fonction de la concentration.

7 Température de mesurage

La température doit être choisie en respectant une solubilité suffisante et toutes autres exigences techniques, mais doit être la même pour un système polymère-solvant donné et la tolérance de température doit être spécifiée. Toutes les fois qu'il est

possible, il convient de choisir une température de $25 \pm 0,05$ °C. Si une autre température est utilisée, elle devrait être choisie de préférence parmi les valeurs préconisées dans l'ISO 3205 et être mentionnée dans le procès-verbal d'essai.

8 Mode opératoire

Mesurer successivement les temps d'écoulement de la solution et du solvant dans le même viscosimètre en utilisant le mode opératoire suivant.

8.1 Mise en place de l'appareillage

Maintenir le bain à la température d'essai spécifiée.

Remplir le viscosimètre sec et propre (voir annexe A) en l'inclinant d'environ 30 ° par rapport à la verticale et en y introduisant par le tube L une quantité de liquide échantillon telle que, lorsque le viscosimètre est replacé en position verticale, le ménisque se situe entre les deux repères de remplissage. Eviter de piéger des bulles d'air dans le viscosimètre. L'opération de remplissage peut être effectuée hors du bain.

Fixer le viscosimètre sur un porte-viscosimètre dans le bain en s'assurant que le tube N est vertical. Attendre le temps suffisant pour que le viscosimètre rempli atteigne la température du bain. Généralement 15 min suffisent si le mesurage est effectué à 25 °C. À des températures plus élevées, des durées plus longues peuvent être nécessaires. Tout délai inutile doit être évité car il s'est révélé que les résultats les plus réguliers sont obtenus peu après que l'équilibre de température aura été atteint avec un viscosimètre qui vient d'être rempli.

8.2 Mesurage du temps d'écoulement

Lorsque l'équilibre de température a été obtenu, fermer le tube M et appliquer une aspiration sur le tube N, ou une surpression sur le tube L, jusqu'à ce que le liquide atteigne un niveau situé à 5 mm environ au-dessus du repère E. Maintenir le liquide à ce niveau en bouchant le tube N.

Ouvrir le tube M de façon que le liquide redescende en dessous de l'extrémité inférieure du tube capillaire R.

Quand le liquide est en dessous de l'extrémité du capillaire et de l'extrémité inférieure du tube M, ouvrir le tube N. Mesurer, à 0,2 s près, le temps d'écoulement, à savoir le temps mis par le fond du ménisque pour passer du bord supérieur du repère E au bord supérieur du repère F. Pour des solutions de polymères contenant de petites quantités de pigments finement divisés, par exemple du noir de carbone, il peut être nécessaire de viser le sommet du ménisque.

L'ouverture et la fermeture des tubes peuvent commodément s'effectuer au moyen de robinets ou de pinces sur des tubes souples propres fixés à l'extrémité des tubes, tout en s'assurant qu'aucune peluche ou autre contaminant ne pénètre dans le tube.

Le premier écoulement ne doit pas être pris en considération pour la mesure du temps d'écoulement. Répéter immédiatement le mesurage du temps d'écoulement, sans vider ni remplir

le viscosimètre, jusqu'à ce que deux temps d'écoulement successifs coïncident à moins de 0,25 % près. Prendre la moyenne de ces deux valeurs comme le temps d'écoulement.

Si deux déterminations successives du temps moyen d'écoulement du solvant diffèrent de plus de 0,4 s, nettoyer le viscosimètre.

AVERTISSEMENT — L'utilisation de liquides dangereux, tels que l'acide sulfurique, doit faire l'objet des plus grandes précautions.

9 Expression des résultats

Les résultats sont exprimés de préférence sous la forme d'un indice de viscosité. L'indice de viscosité (I.V.), exprimé en millilitres par gramme, est calculé à l'aide de l'équation

$$I.V. = \frac{t - t_0}{t_0 c} \quad \dots (10)$$

où

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

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

c est la concentration, en grammes par millilitre.

Les résultats peuvent être aussi exprimés sous la forme d'un indice limite de viscosité $[\eta]$, par exemple afin de pouvoir comparer des polymères de masses molaires moyennes différentes, pour lesquels il a été nécessaire d'utiliser des concentrations différentes (voir 6.2).

L'indice limite de viscosité $[\eta]$ doit être déduit des valeurs de l'indice de viscosité obtenues pour des concentrations c_1, c_2, c_3, \dots s'étagant dans les rapports approximatifs 1, 2, 3, ... par une méthode graphique consistant à porter les valeurs de l'indice de viscosité (en ordonnée) en fonction des valeurs de la concentration (en abscisse) et à extrapoler la courbe obtenue à concentration nulle. La valeur de l'indice limite de viscosité est lue sur l'axe des ordonnées.

NOTE — Il est recommandé d'utiliser la méthode des moindres carrés pour analyser les résultats expérimentaux.

L'indice limite de viscosité $[\eta]$ peut aussi être calculé à partir d'une valeur de l'indice de viscosité, par exemple à l'aide de l'équation

$$[\eta] = \frac{I.V.}{1 + k' \cdot c \cdot I.V.} \quad \dots (11)$$

ou k' est une constante expérimentale, généralement comprise entre 0,2 et 0,3 qui doit être déterminée préalablement, à partir des valeurs de l'indice de viscosité mesurées à deux concentrations différentes, à l'aide de l'équation

$$k' = \frac{I.V._2 - I.V._1}{I.V._1 \cdot I.V._2 \cdot (c_2 - c_1)} \quad \dots (12)$$

Pour le calcul de k' , il peut être préférable d'utiliser plusieurs concentrations et d'établir une courbe de I.V. en fonction de c , en traçant une droite entre ces points et en sélectionnant deux points de cette droite qui donneront les valeurs à substituer à k' dans l'équation.

10 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence à la présente Norme internationale ainsi que, si elle existe, à la norme particulière concernant le polymère examiné;
- b) l'identification complète de la matière soumise à l'essai y compris le type, l'origine et la référence du fournisseur;
- c) la concentration utilisée de la matière dans le solvant, la description du solvant et les détails de préparation de la solution;
- d) les caractéristiques du viscosimètre utilisé;
- e) la température d'essai;
- f) les résultats de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 1628-1:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a4ceed5-b0cc-4ebc-86e0-62bfd7ee279a/iso-1628-1-1984>

Annexe A

Nettoyage des appareils

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

Pour que cette méthode donne des résultats pleinement satisfaisants, il est essentiel que toute la partie de l'appareil venant en contact avec le liquide en essai soit parfaitement propre. Toute impureté, telle que poussière, traces de liquides ou de fibres, dans le viscosimètre entraînera des résultats faussés.

Avant l'essai, le viscosimètre et tout l'appareillage utilisé (réipients en verre, pipettes, filtres en verre fritté, tubes en caoutchouc, etc.) doivent être nettoyés. Un détergent convenable peut être suffisant. L'eau régale peut être nécessaire pour enlever les résidus inorganiques de la verrerie et un solvant adapté peut être nécessaire pour enlever huile ou graisse. Après quoi, l'appareillage en verre doit être séché, puis nettoyé avec une solution d'acide sulfochromique fraîchement préparée. Cette solution doit rester en contact toute une nuit avec la verrerie, à une température minimale de 20 °C. Pour assurer un meilleur nettoyage, l'acide sulfochromique doit, si possible, être chauffé modérément dans un bain-marie.

Enlever l'acide chromique et rincer au moins cinq fois avec de l'eau distillée ou déionisée. Sécher dans une étuve électrique à une température ne dépassant pas 100 °C, ou rincer cinq fois avec de l'acétone distillée, séchée et filtrée avant de sécher avec un lent courant d'air sec filtré, ou mieux, sous vide.

Entre deux déterminations successives des temps d'écoulement d'échantillons de nature semblable, le viscosimètre peut être nettoyé de la façon suivante:

Égoutter, rincer soigneusement avec un solvant volatil convenable, préalablement distillé et filtré, et sécher avec un lent courant d'air filtré et sec, sous vide, ou dans une étuve électrique à une température ne dépassant pas 100 °C. La qualité du nettoyage peut être contrôlée en vérifiant que le temps d'écoulement d'un solvant donné reste constant pour un viscosimètre.

Si la solution suivante à mesurer est celle d'un polymère du même type et de viscosité analogue, il est autorisé de vider le viscosimètre, de le rincer avec la solution à mesurer, puis de remplir avec cette solution.

Il est recommandé que les viscosimètres utilisés pour les fluides siliconés et fluorocarbonés soient réservés à l'usage exclusif de ces fluides et que l'étalonnage de ces viscosimètres soient fréquemment vérifié. Prendre bien soin que les fluides siliconés et fluorocarbonés ne contaminent pas d'autres appareils, directement ou indirectement (par exemple par suite de l'utilisation de solvants contaminés).

AVERTISSEMENT – L'utilisation de l'eau régale et de l'acide sulfochromique doit faire l'objet des plus grandes précautions (il est conseillé de porter des lunettes de protection et des gants en caoutchouc). Éliminer immédiatement toutes les éclaboussures sur la peau avec une grande quantité d'eau froide et éviter de respirer les vapeurs.

Annexe B

Notes sur les sources d'erreurs

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

Des principes directeurs sont donnés, dans la présente Norme internationale, pour la détermination des propriétés viscosimétriques des solutions diluées de polymères telles qu'elles sont définies dans le chapitre 3. Le mesurage de ces propriétés (rapport de viscosité, etc.) peut être effectué, habituellement, avec une reproductibilité supérieure à celle atteinte lors des mesurages de valeurs absolues de viscosité, puisque de nombreuses erreurs dues à l'appareillage sont approximativement les mêmes pour le solvant et pour la solution, et s'annulent effectivement.

B.1 Principe des mesures

Le rapport de viscosité et les autres fonctions définies dans le chapitre 3 sont calculés à partir des temps d'écoulement de la solution et du solvant. Les liquides s'écoulent, sous l'action de la pesanteur, à travers le capillaire du viscosimètre Ubbelohde à niveau suspendu. Les temps d'écoulement sont pris proportionnellement au rapport «viscosité/masse volumique» des fluides (voir chapitre 4). Ceci revient à poser que l'énergie cinétique et les autres erreurs sont négligeables et que la masse volumique du solvant diffère de façon négligeable de la masse volumique des solutions. L'importance de plusieurs erreurs possibles doit alors être discutée.

B.2 Sources d'erreur

Les principales sources d'erreur dans les viscosimètres à capillaire sont dues

- a) à la tension superficielle;
- b) à l'effet de bout du capillaire;
- c) aux effets de drainage;
- d) aux effets thermiques du frottement visqueux;
- e) à l'inclinaison du viscosimètre par rapport à la verticale;
- f) aux variations de la hauteur de chute;
- g) aux pertes par évaporation;
- h) aux erreurs concernant la concentration et le temps d'écoulement;
- j) à l'influence du cisaillement;
- k) aux erreurs concernant la stabilité de la température et le mesurage de celle-ci;
- m) à l'énergie cinétique.

Heureusement, la plupart de ces influences peuvent être considérées comme négligeables dans le mode opératoire proposé. Les erreurs dues à la tension superficielle, à l'effet de bout et au drainage, sont très faibles, dans les essais avec solvants organiques dans un viscosimètre Ubbelohde, lorsqu'on fait des mesures relatives de viscosité^[1]. Les effets thermiques de frottement visqueux sont négligeables lorsque le viscosimètre à capillaire opère par gravité. Les erreurs dues à l'inclinaison par rapport à la verticale et à la variation de la hauteur de chute sont habituellement très faibles lorsqu'on utilise des viscosimètres à niveau suspendu.

Les pertes de solvant par évaporation et les erreurs de concentration dépendent du mode opératoire particulier de l'essai et devraient être prises en considération dans la méthode d'essai (voir chapitre 6).

Le temps d'écoulement du solvant devrait être de l'ordre de 70 à 80 s au moins, de façon à pouvoir être mesuré avec une bonne reproductibilité. Il ne devrait pas, toutefois, être supérieur à 200 s environ, afin que soient évités de longs temps d'écoulement des solutions.

L'influence du gradient de vitesse peut être importante, puisque les solutions de polymères sont souvent non-newtoniennes^[2]. Pour être rigoureux, il faudrait procéder aux mesurages à des gradients de vitesse faibles, alors que, dans les modes opératoires habituels, le gradient de vitesse peut être de l'ordre de $1\ 000\ \text{s}^{-1}$ ou plus. Heureusement, il a pu être démontré^[3] que les effets de cisaillement sont très faibles à moins que la masse molaire du polymère soit supérieure à $10^6\ \text{g/mol}$, ce qui arrive rarement dans les polymères commerciaux. De plus, il serait malaisé de tenir compte des effets du gradient de vitesse à des fins de normalisation internationale et la meilleure façon d'aborder le problème consiste à définir la tolérance sur les dimensions du viscosimètre de sorte que le gradient de vitesse soit très reproductible dans les différents laboratoires effectuant des essais sur les mêmes polymères.

On peut conclure que l'élément constituant la principale source d'erreur dans les mesures faites à l'aide du viscosimètre Ubbelohde est l'énergie cinétique. Sa valeur peut être considérable: par exemple, elle est approximativement de 15 % pour le chloroforme dans un viscosimètre Ubbelohde normalisé ayant un diamètre de capillaire de 0,58 mm. L'erreur résultante sur l'indice de viscosité peut être de l'ordre de 30 %.

B.3 Choix des viscosimètres

Puisqu'il n'est pas facile d'introduire la correction d'énergie cinétique dans la normalisation internationale, il est nécessaire de choisir le viscosimètre de façon

- a) que le terme d'énergie cinétique soit négligeable, ou