

NORME
INTERNATIONALE

ISO
1628-3

Première édition
1991-04-01

**Plastiques — Détermination de l'indice de
viscosité et de l'indice limite de viscosité —**

Partie 3:

**Polyéthylènes et polypropylènes
(standards.iteh.ai)**

*Plastics — Determination of viscosity number and limiting viscosity
number* [ISO 1628-3:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d56d45fa-3df8-40d1-ba6e-cb51125cda/iso-1628-3-1991)
[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d56d45fa-3df8-40d1-ba6e-
cb51125cda/iso-1628-3-1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d56d45fa-3df8-40d1-ba6e-cb51125cda/iso-1628-3-1991)
Part 3: Polyethylenes and polypropylenes



Numéro de référence
ISO 1628-3:1991(F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1628-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Elle annule et remplace l'ISO 1191:1975, dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 1628 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité*:

- *Partie 1: Conditions générales*
- *Partie 2: Résines de poly(chlorure de vinyle)*
- *Partie 3: Polyéthylènes et polypropylènes*
- *Partie 4: Matériaux à mouler et à extruder à base de polycarbonate (PC)*
- *Partie 5: Poly(alkylène téréphtalates)*
- *Partie 6: Polymères de méthacrylate de méthyle*

(Le deuxième élément du titre de l'ISO 1628-1 est *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*)

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Plastiques — Détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité —

Partie 3: Polyéthylènes et polypropylènes

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 prescrit les conditions particulières pour la 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 densité et à une gamme étendue de polypropylènes comprenant des polymères purement isotactiques, stéréoblocs et atactiques.

La viscosité des solutions des 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 1 L'indice de viscosité est connu comme fonction de Staudinger (J_v) et l'indice limite de viscosité comme indice de Staudinger (J_g).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 1628. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 1628 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

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.*

ISO 3105:1976, *Viscosimètres à capillaire, en verre, pour viscosité cinématique — Spécifications et modes d'emploi.*

3 Principe

Détermination du temps d'écoulement à 135 °C du solvant et d'une solution de polymère de concentration prescrite.

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.

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

4 Solvant

4.1 Décahydronaphtalène, de qualité analytique reconnue, redistillé à une température inférieure ou égale à 65 °C et sous une pression d'environ 500 Pa, avec 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 doit être ajoutée pour

inhiber l'oxydation pendant la détermination de la viscosité.

Les antioxydants se sont avérés satisfaisants:

- thio-bis(*tert*-butyl-6 méthyl-3)-4,4' phénol;
- bis(hydroxy-2 *tert*-butyl-3 méthyl-5) phénylméthane;
- octadécyl-(di-*tert*-butyl-3',5' hydroxyphényl-4')-3 *n*-propionate;
- tétrakis [méthylène-(di-*tert*-butyl-3',5' hydroxyphényl-4')-3 *n*-propionate]méthane.

Un solvant stabilisé de cette façon donne des solutions de polymères qui résistent à l'oxydation à 135 °C durant plusieurs heures.

5 Appareillage

5.1 Viscosimètre Ubbelohde, dont les dimensions principales sont indiquées sur la figure 1, ou autres types de viscosimètres tels que ceux mentionnés dans l'ISO 3105, pour autant qu'ils conduisent à des résultats équivalents. Toutefois, en cas de litige le viscosimètre Ubbelohde aura la préférence.

Les dimensions du viscosimètre recommandé sont indiquées sur la figure 1, 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 1. Si l'on utilise un viscosimètre d'un type autre que celui représenté à la figure 1, la dissolution est effectuée dans une fiole jaugée (5.9) et la solution est filtrée dans le viscosimètre à travers un entonnoir à disque en verre fritté P 100. Avant de filtrer, l'entonnoir est maintenu à 150 °C dans l'étuve (5.8).

5.2 Porte-viscosimètres, pour maintenir fermement les viscosimètres dans leur position correcte dans le bain thermorégularisé.

5.3 Bain thermorégularisé, à 135 °C ± 0,2 °C, selon l'ISO 1628-1.

5.4 Bain thermorégularisé, à 20 °C ± 0,1 °C.

5.5 Dispositif pour mesurer la température, selon l'ISO 1628-1, gradué tous les 0,1 °C.

5.6 Dispositif de chronométrage.

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

5.7 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

5.8 Étuve, réglable à 150 °C ± 2 °C.

5.9 Fiole jaugée, de 100 ml de capacité.

5.10 Pipette graduée, de 50 ml de capacité.

6 Échantillon pour essai

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

6.2 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).

Les indices de viscosité 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, dissoudre une portion et effectuer un prélèvement de la solution;
- soit de mesurer l'indice de viscosité en surface et 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.

7 Mode opératoire

7.1 Nettoyage du viscosimètre

7.1.1 Nettoyer le viscosimètre avant une première utilisation ou après des mesures discordantes, ainsi qu'à intervalles réguliers, selon l'ISO 1628-1:1984, annexe A.

7.1.2 Entre deux déterminations successives, nettoyer le viscosimètre avec le même solvant que celui utilisé pour les déterminations. Pendant l'opération de nettoyage, maintenir le viscosimètre ainsi que le solvant dans le bain (5.3) thermorégularisé à 135 °C. Après nettoyage, enlever le viscosimètre du bain, le refroidir à la température ambiante, puis le rincer avec de l'acétone distillée et préalablement filtrée et le sécher dans un courant d'air exempt de poussière ou sous vide.

Dimensions en millimètres

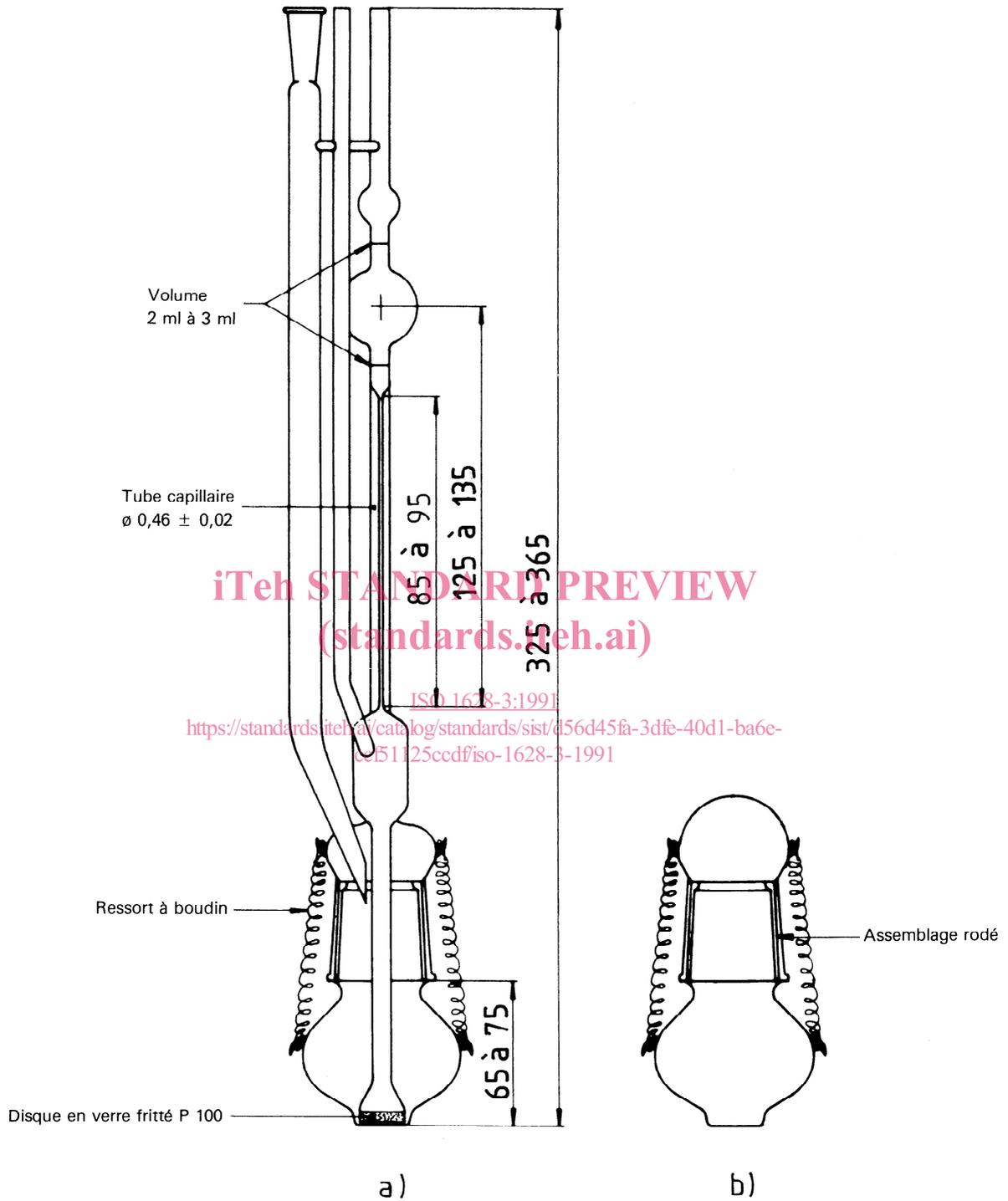


Figure 1 — Viscosimètre Ubbelohde modifié pour essais à haute température

7.2 Détermination du temps d'écoulement du solvant

Déterminer le temps d'écoulement du solvant conformément au mode opératoire prescrit en 7.5 pour la solution. Utiliser, pour le calcul de l'indice de viscosité, la valeur moyenne de trois lectures consécutives concordant à moins de 0,2 s.

rapport des masses volumiques du solvant à ces températures, soit:

$$\gamma = \frac{\rho_{20}}{\rho_{135}} = \frac{0,888}{0,802} = 1,107$$

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.

7.3 Choix de la concentration de la solution de polymère

La concentration de la solution du polymère doit être établie de sorte que le rapport du temps d'écoulement de la solution t au temps d'écoulement du solvant t_0 soit compris entre 1,2 et 2.

7.3.1 Si l'on connaît la valeur approximative de l'indice de viscosité du polymère, choisir dans le tableau 1, la concentration convenable.

Tableau 1 — Concentration c à utiliser en fonction de l'indice de viscosité à mesurer

Indice de viscosité ml/g	Concentration, c g/ml
40 à < 200	0,005
200 à 1 000	0,001
> 1 000 à 5 000	0,0002

7.4.2 Peser dans le récipient du viscosimètre, à 0,2 mg près, la masse m d'échantillon ainsi calculée (par exemple $m = 0,0553$ g pour une concentration de 0,001 g/ml).

Ajouter au contenu du récipient du viscosimètre, à l'aide d'une pipette graduée (5.10), le volume V de solvant prélevé dans une fiole jaugée (5.9) maintenue au préalable dans le bain (5.4) thermorégularisé à 20 °C ± 0,1 °C. Boucher le récipient du viscosimètre [voir figure 1 b)] et le placer, ainsi que le viscosimètre, dans l'étuve (5.8) réglée à 150 °C. Maintenir le récipient dans l'étuve jusqu'à ce qu'on n'observe plus, en examinant à l'œil nu, des particules non dissoutes, des gels ou des matières étrangères. Retirer le récipient de l'étuve et examiner la solution toutes les 10 min, tout en agitant soigneusement pour ne pas disperser des particules de polymère sur les parois du récipient.

Si l'on ne parvient pas à la dissolution complète au bout de 2 h, le chauffage peut être continué encore durant 2 h, tout en agitant et en l'examinant toutes les 10 min, et l'indiquer dans le rapport d'essai.

7.3.2 Si l'on ne connaît pas la valeur approximative de l'indice de viscosité du polymère, prendre une concentration de 0,001 g/ml et faire le mesurage.

Si l'indice de viscosité ainsi obtenu n'est pas dans l'intervalle prévu dans le tableau 1, refaire un mesurage avec la concentration correspondant à l'indice ainsi trouvé.

7.4 Préparation de la solution

7.4.1 Calculer, à 1 mg près, la masse m , en grammes, d'échantillon nécessaire à l'aide de l'équation

$$m = c \cdot V \cdot \gamma$$

où

- c est la concentration, en grammes par millilitre, de la solution à 135 °C;
- V est le volume, en millilitres, du solvant mesuré à 20 °C (normalement, la solution est préparée à partir de 50 ml de solvant);
- γ est le coefficient de dilatation volumique du solvant entre 20 °C et 135 °C, égal au

7.5 Mesurage 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 1 a).

Immerger rapidement le viscosimètre tout entier et le fixer en position verticale dans le bain thermorégularisé (5.3) à 135 °C 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 du viscosimètre.

Laisser ensuite la solution s'écouler à travers le capillaire. Lorsque le ménisque passe à ce repère supérieur, déclencher le chronomètre (5.6) et mesurer le temps mis par la solution pour s'écouler jusqu'au repère inférieur du réservoir.

Mesurer plusieurs fois le temps 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.

8 Expression des résultats

8.1 Indice de viscosité, I.V.

Calculer l'indice de viscosité I.V., exprimé en millilitres par gramme, à l'aide de l'équation

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

où

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

t_0 est la moyenne des temps d'écoulement, en secondes, du solvant;

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

$$c = \frac{m}{V \cdot \gamma + (1,107m/\rho_{20})}$$

m , V , γ et ρ_{20} ayant les mêmes significations qu'en 7.4.1.

Arrondir la valeur obtenue au nombre entier le plus proche.

8.2 Indice limite de viscosité, $[\eta]$

Calculer l'indice limite de viscosité $[\eta]$, exprimé en millilitres par gramme, à l'aide de l'équation

$$[\eta] = \frac{\text{I.V.}}{1 + k \cdot c \cdot \text{I.V.}}$$

où

k est un coefficient fonction de la nature et de la concentration du polymère;

c et I.V. ont les mêmes significations qu'en 8.1.

Une valeur approchée de $[\eta]$ peut être calculée en prenant $k = 0,27$, mais dans le cas de mesures précises, il faut déterminer k pour chaque niveau de concentration et pour chaque série d'échantillons.

Arrondir la valeur obtenue au nombre entier le plus proche.

8.3 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Cette méthode peut ne pas être appropriée pour être utilisée dans des spécifications ou en cas de contestation des résultats tant que des données interlaboratoires ne sont pas disponibles.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente partie de l'ISO 1628;
- tous renseignements nécessaires à l'identification complète du produit essayé (type, origine, marque déposée);
- traitement éventuellement subi par l'échantillon avant l'essai (broyage, découpage, etc.);
- si applicable, à quelle partie d'un objet manufacturé correspond l'échantillon (objet global, surface ou cœur);
- temps de dissolution, si celui-ci dépasse 2 h;
- indice de viscosité, avec l'indication entre parenthèses de la concentration utilisée, par exemple I.V.(0,001) = 380 ml/g;
- indice limite de viscosité, avec l'indication entre parenthèses du coefficient k calculé pour la même concentration.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1628-3:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d56d45fa-3dfc-40d1-ba6e-cc51125ccdf/iso-1628-3-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d56d45fa-3dfc-40d1-ba6e-cc51125ccdf/iso-1628-3-1991>

CDU 678.742.2/.3:532.13

Descripteurs: plastique, polymère, polyéthylène, polypropylène, essai, détermination, viscosité.

Prix basé sur 5 pages
