
Norme internationale



1628/5

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

**Plastiques — Détermination de l'indice de viscosité et de
l'indice limite de viscosité —
Partie 5 : Poly(alkylène téréphtalates)**

Plastics — Determination of viscosity number and limiting viscosity number — Part 5 : Poly(alkylene terephthalates)

Première édition — 1986-06-15

CDU 678.742.2 + .4 : 532.13

Réf. n° : ISO 1628/5-1986 (F)

Descripteurs : plastique, matériau thermoplastique, poly(alkylène téréphtalates), poly(éthylène téréphtalate), poly(butylène téréphtalate), éthylène/butylène téréphtalates, essai, détermination, indice de viscosité.

Prix basé sur 4 pages

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 1628/5 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Elle annule et remplace l'ISO 1228-1975, dont elle constitue une révision technique.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Plastiques — Détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité — Partie 5 : Poly(alkylène téréphtalates)

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité de solutions diluées de poly(éthylène téréphtalate), de poly(butylène téréphtalate), et de copolymères de ces deux. Avec le poly(éthylène téréphtalate), un mélange formé de 1 partie en masse de phénol et de 1 partie en masse de dichloro-1,2 benzène est utilisé comme solvant.

Avec les autres polymères, on utilise du *m*-crésol comme solvant.

NOTE — Pour la définition de l'indice de viscosité et des autres termes, définitions et formules, voir ISO 1628/1.

2 Références

ISO 1628/1, *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 : Principes généraux.*

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

ISO 3451/2, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 2 : Poly(alkylène téréphtalates).*

3 Principe

Mesurage des temps d'écoulement du solvant et d'une solution de résine à la concentration de 0,005 g/ml à 25 °C par des méthodes conventionnelles et calcul de l'indice de viscosité 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.

4 Solvants

AVERTISSEMENT — Les solvants comportent toujours une part de risque. Éviter tout contact avec la peau et d'en respirer les vapeurs.

4.1 Phénol/dichloro-1,2 benzène

Dissoudre 1 partie en masse de phénol (de qualité analytique reconnue) dans 1 partie en masse de dichloro-1,2 benzène (de qualité analytique reconnue). Effectuer les pesées avec une précision de 1 % ou mieux.

4.2 *m*-Crésol

Ce composé doit répondre à la spécification suivante :

aspect : clair et incolore;

teneur en *m*-crésol : 99 % (*m/m*) min.;

teneur en *o*-crésol : 0,3 % (*m/m*) max.;

teneur en eau : 0,13 % (*m/m*) max.

NOTE — Un solvant de la pureté requise peut être obtenu par distillation de *m*-crésol chimiquement pur, de préférence sous vide, la compensation de la pression étant réalisée avec de l'azote de façon à éviter toute oxydation. Le degré de pureté du solvant pourra être contrôlé par chromatographie en phase gazeuse.

4.3 Stockage des solvants

Protéger les solvants de la lumière en les stockant, par exemple, dans des bouteilles en verre teinté brun munies de bouchons rodés.

Déterminer le temps d'écoulement des solvants au moins chaque jour qu'on utilise ceux-ci (voir 6.6). Si le temps d'écoulement d'un solvant diffère de plus de 1 % du temps initial, jeter le solvant.

5 Appareillage

5.1 Broyeur, pour réduire l'échantillon en particules d'environ 0,5 mm.

5.2 Fiole jaugée, de 100 ml de capacité, munie d'un bouchon rodé, en verre.

5.3 Fiole conique, de 150 ml de capacité, munie d'un bouchon rodé, en verre.

5.4 Burette, graduée en 0,1 ml.

5.5 Bain d'eau bouillante, ou autre dispositif à chauffer le contenu d'une fiole à 90-100 °C.

5.6 Bain d'huile, réglable à 135-140 °C, ou autre dispositif à chauffer le contenu d'une fiole à 135-140 °C.

5.7 Agitateur magnétique, ou autre équipement à agiter continuellement le contenu d'une fiole bouchée.

5.8 Bain thermostatique, réglable à $25 \pm 0,05$ °C.

5.9 Viscosimètres, à niveau suspendu de types Ubbelohde, nos 1C et respectivement 2 selon l'ISO 3105, dont les dimensions principales sont indiquées sur la figure.

D'autres types de viscosimètre indiqués dans l'ISO 3105 peuvent également être utilisés, à condition qu'ils donnent des résultats identiques à ceux qui sont obtenus à l'aide des viscosimètres de type Ubbelohde indiqués ci-dessus. Cependant, en cas de litige, les viscosimètres de type Ubbelohde doivent être utilisés.

5.10 Tamis, en acier inoxydable, de 63 à 90 µm d'ouverture de maille, ou **entonnoir filtrant**, en verre fritté ayant des pores de 40 à 100 µm de diamètre.

5.11 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

5.12 Chronomètre, précis à 0,1 s.

6 Mode opératoire

6.1 Nettoyage du viscosimètre

AVERTISSEMENT — Les solutions d'acide chromique et les autres agents de lavage similaires sont des produits qui comportent une certaine part de risque. Éviter tout contact avec la peau et d'en respirer les vapeurs.

Nettoyer le viscosimètre (5.9) avant emploi et après des lectures discordantes ainsi qu'à intervalles réguliers pendant son utilisation. Le laisser à cette fin durant au moins 12 h rempli d'un agent de lavage, par exemple une solution d'acide chromique préparée par mélange de 1 partie en volume d'acide sulfurique concentré et de 1 partie en volume d'une solution saturée de bichromate de potassium. Enlever l'agent de lavage, rincer le

viscosimètre à l'eau distillée, puis avec un solvant volatil approprié, par exemple avec de l'acétone fraîchement distillée, et le sécher, par exemple avec un courant lent d'air filtré.

Après la détermination, vider le viscosimètre, le laver avec le solvant, puis le rincer avec de l'acétone fraîchement distillée ou un solvant volatil similaire, et le sécher de la manière décrite précédemment.

Si la solution suivante à mesurer est celle d'un polymère de même type et pratiquement de même viscosité, il est permis de vider le viscosimètre, de le laver avec la solution à mesurer, puis de le remplir avec celle-ci.

6.2 Choix du solvant

Avec le poly(éthylène téréphtalate), utiliser le mélange phénol dichloro-1,2 benzène (4.1) comme solvant. Avec le poly(butylène téréphtalate) et le copolymères d'éthylène téréphtalate et de butylène téréphtalate, utiliser le *m*-crésol (4.2) comme solvant.

6.3 Détermination des matières minérales et autres additifs contenus dans l'échantillon

Les teneurs en matières minérales ou autres additifs supérieures à 0,5 % (*m/m*) chacune doivent être prises en considération lors de la préparation de la solution d'essai (6.4).

6.3.1 Détermination de la teneur en matières minérales

Si l'échantillon contient des matières minérales, telles que des charges ou de la fibre de verre, en déterminer la teneur selon l'ISO 3451/2.

6.3.2 Détermination de la teneur en autres additifs

Si l'échantillon contient d'autres additifs, tels que des polyoléfinés ou des retardeurs de flamme, en déterminer la teneur d'une façon adéquate. Consigner dans le procès-verbal d'essai le ou les modes opératoires ayant été appliqués.

6.4 Préparation de la solution d'essai

Utiliser l'un des modes opératoires suivants.

6.4.1 Mode opératoire A

Peser, à 0,2 mg près, une prise d'essai, m_1 , en grammes, située dans l'intervalle

$$\frac{0,5}{1 - [(i + o)/100]} \pm 0,01$$

où

i est la teneur en matières minérales, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon, déterminée comme indiqué en 6.3.1;

o est la teneur en autres additifs, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon, déterminée comme indiqué en 6.3.2.

Les corrections pour i et o ne doivent être appliquées que si ces teneurs dépassent 0,5 % (m/m) chacune.

Transférer la prise d'essai dans la fiole jaugée (5.2), ajouter 60 ml de solvant, boucher la fiole et chauffer sur le bain d'eau bouillante (5.5), en agitant occasionnellement jusqu'à ce que l'échantillon soit dissous complètement. Sur le bain d'eau bouillante, aucune dégradation du polymère ne se produit. Si, pour d'autres raisons, des longues durées de séjour sont toutefois indésirables, la dissolution peut être accélérée par application d'agitation continue, par exemple au moyen de l'agitateur magnétique (5.7).

Des échantillons de poly(éthylène téréphtalate) à cristallinité élevée, par exemple des granules pour moulage postcondensés, qui peuvent avoir des cristallinités d'environ 65 % ne seront pas dissous sur le bain d'eau bouillante, même avec agitation. Pour dissoudre ces échantillons, broyer le matériau dans le broyeur (5.1) et le dissoudre à une température de 135-140 °C sous agitation continue. À 135-140 °C, une certaine dégradation du polymère se produit. Éviter pour cette raison des durées de chauffage dépassant 30 min.

Après dissolution, refroidir la fiole et son contenu à 25 ± 2 °C, compléter le volume à 100 ml avec du solvant maintenu à cette température et bien agiter. Si l'on a utilisé un agitateur magnétique, enlever d'abord le barreau de la solution et le rincer avec le solvant utilisé pour compléter le volume, en s'assurant que toutes les rinçures entrent dans la fiole.

La concentration c de polymère dans la solution, exprimée en grammes par millilitre, utilisée pour calculer l'indice de viscosité (chapitre 7), est donnée par la formule

$$0,01 \left(1 - \frac{i + o}{100} \right) m_1$$

NOTE — En général, la concentration s'écartera légèrement de 0,005 g/ml. L'effet exercé sur l'indice de viscosité est cependant négligeable étant donné que, sur la gamme en question, on peut considérer que l'incrément relatif de viscosité est une fonction linéaire de la concentration.

6.4.2 Mode opératoire B

Peser, à 0,2 mg près, une prise d'essai, m_2 , située dans l'intervalle 0,4 à 0,6 g.

Transférer la prise d'essai dans la fiole conique (5.3). Ajouter à l'aide de la burette (5.4), à 0,1 ml près, un volume de solvant, en millilitres, égal à

$$200 \left(1 - \frac{i + o}{100} \right) m_2$$

où i et o ont la même signification qu'en 6.4.1.

Les corrections pour i et o ne doivent être appliquées que si ces teneurs dépassent 0,5 % (m/m) chacune. Le solvant ajouté doit être à 25 ± 2 °C.

Boucher la fiole. Dissoudre le polymère en chauffant la fiole sur le bain d'eau bouillante ou, si nécessaire, dans le bain d'huile, en suivant le mode opératoire spécifié et en prenant les précau-

tions mentionnées en 6.4.1. Après dissolution, refroidir la fiole jusqu'à la température ambiante.

6.5 Opérations préparatoires

Avec le phénol/dichloro-1,2 benzène comme solvant, utiliser un viscosimètre n° 1C. Avec le m -crésol, utiliser un viscosimètre n° 2.

Filtrer la solution d'essai à travers le tamis ou le filtre en verre fritté (5.10) dans le tube L du viscosimètre (voir la figure). Le volume doit être tel qu'après écoulement, le niveau se trouve entre les deux repères de remplissage. Effectuer cette opération de remplissage hors du bain thermostatique (5.8) afin d'éviter la contamination du bain si le liquide se répand accidentellement.

Monter le viscosimètre dans le bain thermostatique, en prenant soin que le tube N soit vertical et que la graduation supérieure E soit d'au moins 30 mm au-dessous de la surface du liquide dans le bain. Attendre au moins 15 min que le viscosimètre chargé atteigne la température du bain ($25 \pm 0,05$ °C).

6.6 Mesurage des temps d'écoulement

Fermer le tube M et soumettre le tube N à un effet d'aspiration ou le tube L à une pression jusqu'à ce que le liquide atteigne un niveau d'environ 5 mm au-dessus du repère E. Maintenir le liquide à ce niveau, en fermant le tube N. Ouvrir le tube M de manière que le liquide coule de l'extrémité inférieure du tube capillaire.

Lorsque le liquide s'est détaché des extrémités inférieures du capillaire et du tube M, ouvrir le tube N. Mesurer le temps d'écoulement à 0,2 s près comme le temps nécessaire pour le passage du bas du ménisque entre les sommets des repères de graduation E et F. Pour les solutions de polymère contenant de faibles quantités de pigments, par exemple de noir de carbone, il peut être nécessaire d'observer le sommet du ménisque.

NOTE — L'ouverture et la fermeture des tubes peuvent être réalisées au moyen de robinets ou de pinces monté(e)s sur des tubes flexibles prévus aux extrémités des tubes.

Répéter immédiatement le mesurage du temps d'écoulement sans vider et remplir jusqu'à ce que deux temps d'écoulement successifs ne diffèrent que de 0,25 % au maximum. Prendre comme temps d'écoulement de la solution d'essai la moyenne de ces deux déterminations.

Déterminer le temps d'écoulement moyen du solvant dans le même viscosimètre et de la même manière que celui de la solution d'essai. Il suffit de mesurer ce temps une fois pour chaque série de déterminations. Le mesurer cependant au moins une fois par jour d'emploi du solvant. Si deux déterminations successives du temps d'écoulement moyen diffèrent de plus de 0,4 s, nettoyer le viscosimètre.

7 Expression des résultats

Calculer l'indice de viscosité, exprimé en millilitres par gramme, au moyen de la formule

$$\frac{t - t_0}{t_0 c}$$

où

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

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

c est la concentration de polymère, en grammes par millilitre, dans la solution d'essai.

Si le mode opératoire A a été appliqué pour préparer la solution d'essai, calculer c comme décrit en 6.4.1. Si le mode opératoire B a été appliqué, c est égal à 0,005 g/ml.

Avec chaque échantillon de polymère, faire au moins deux déterminations de l'indice de viscosité, chaque fois en utilisant une solution neuve, jusqu'à ce que deux valeurs successives ne diffèrent que de 3 % au plus. Retenir la moyenne de ces deux valeurs, arrondie à l'unité près, comme indice de viscosité de l'échantillon.

8 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence à la présente partie de l'ISO 1628;
- b) l'identification complète de l'échantillon;
- c) si l'échantillon contient plus de 0,5 % (*m/m*) d'autres additifs selon 6.3.2, la description du ou des modes opératoires appliqués pour leur détermination;
- d) les caractéristiques du viscosimètre utilisé, s'il diffère des types Ubbelohde, nos 1C et 2 selon l'ISO 3105;
- e) l'indice de viscosité obtenu.

Dimensions en millimètres

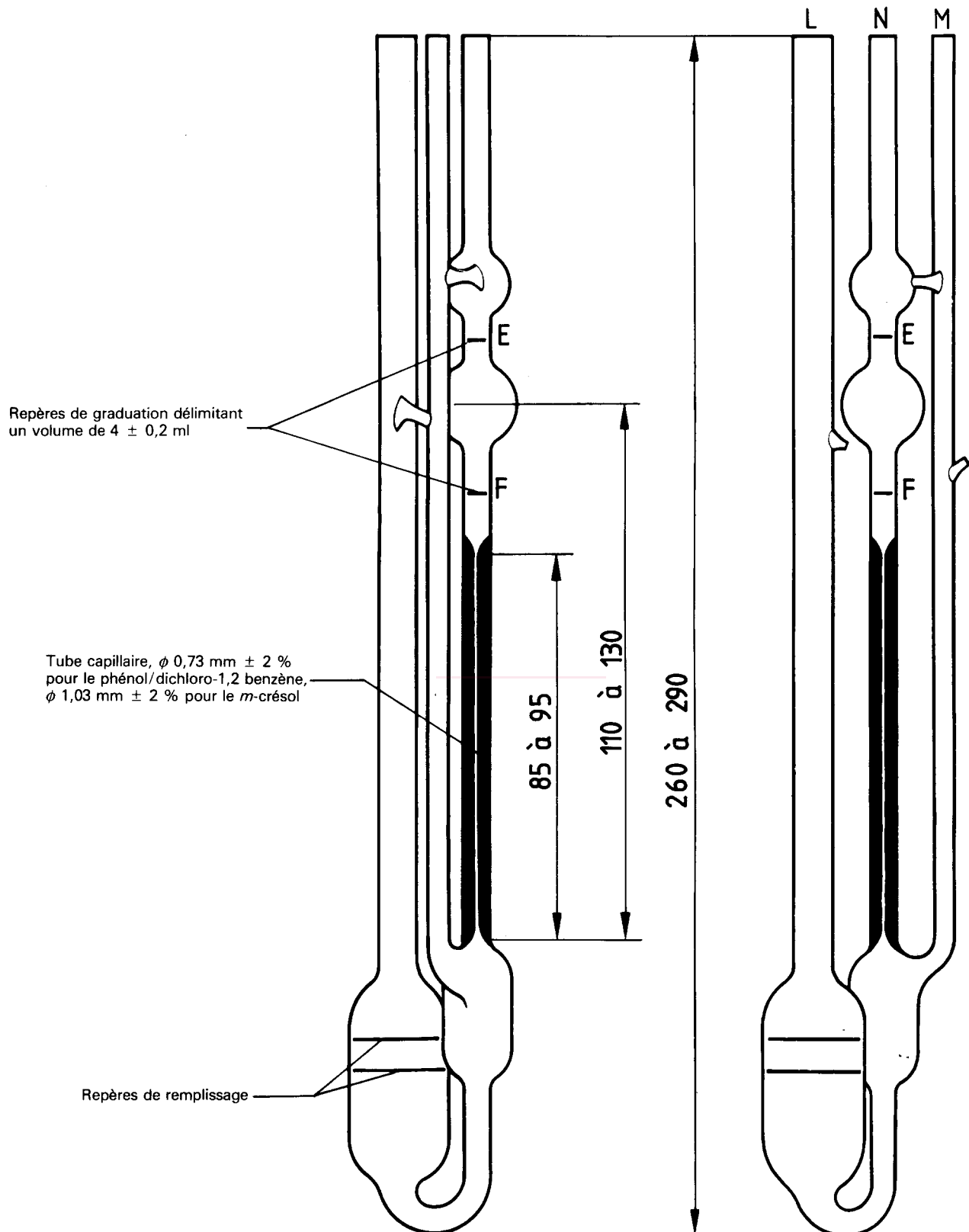


Figure — Viscosimètre Ubbelohde