

NORME
INTERNATIONALE

ISO
1628-6

Première édition
1990-02-01

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

Partie 6:

Polymères de méthacrylate de méthyle

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Plastics — Determination of viscosity number and limiting viscosity number —

Part 6: Methyl methacrylate polymers

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/718740f4-c13f-4e86-bf08-57ab84d6cb49/iso-1628-6-1990>



Numéro de référence
ISO 1628-6 : 1990 (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 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 1628-6 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

[ISO 1628-6:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/718740f4-c13f-4e86-bf08-320829364976/iso-1628-6-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/718740f4-c13f-4e86-bf08-320829364976/iso-1628-6-1990>

Elle annule et remplace la Norme internationale ISO 1233 : 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*¹⁾:

- *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*

Les annexes A et B font partie de la présente partie de l'ISO 1628. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

1) 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 1990

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 6: Polymères de méthacrylate de méthyle

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1628 prescrit les conditions particulières pour la détermination de l'indice de viscosité des matières pour moulage et extrusion en solution à base de polymères de méthacrylate de méthyle.

Elle est applicable aux homopolymères et aux copolymères de méthacrylate de méthyle ainsi qu'aux mélanges de ces deux substances avec un minimum de 80 % (*m/m*) de MMA, et jusqu'à 20 % (*m/m*) d'autres monomères, avec et sans additifs, comme indiqué dans l'ISO 8257-1.

NOTE — La viscosité des solutions de polymères peut également être exprimée sous forme de viscosité intrinsèque (limiting viscosity number (η)). (Voir annexe B.)

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 capillaires, en verre, pour viscosité cinématique — Spécifications et modes d'emploi.*

ISO 4793 : 1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

ISO 8257-1 : 1987, *Plastiques — Poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA) pour moulage et extrusion — Partie 1: Désignation.*

3 Définitions et unités

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 1628, les définitions de l'ISO 1628-1 : 1984, article 3, et la suivante s'appliquent.

indice de viscosité, I.V. :

$$\text{I.V.} = \frac{1}{c} \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \right) \quad \dots (1)$$

où

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

η est la viscosité dynamique, en millipascals secondes, de la solution;

η_0 est la viscosité dynamique, en millipascals secondes, du solvant;

c est la concentration du polymère, en grammes par millilitre de solution.

NOTE — Si les masses volumiques du solvant ρ_0 et de la solution ρ sont à peu près égales, il est possible, dans l'équation (1), de remplacer η par ν et η_0 par ν_0 , ν et ν_0 étant les viscosités cinématiques respectives, en millimètres carrés par seconde (voir article 10).

4 Principe

Détermination du temps d'écoulement à $25 \text{ °C} \pm 0,05 \text{ °C}$ 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.

5 Mesures

Les éléments nécessaires au calcul de la fonction définie dans l'article 3 sont obtenus au moyen d'un viscosimètre à tube capillaire, conformément à l'ISO 1628-1 : 1984, article 4.

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

$$v = \frac{\eta}{\rho} = k(t - \Delta t) = kt - \frac{A}{t} \quad \dots (2)$$

où

k est la constante du viscosimètre, en millimètres carrés par seconde carré;

t est le temps d'écoulement, en secondes;

Δt est la correction d'énergie cinétique (correction d'Hagenbach), en secondes;

ρ est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du liquide;

A est un paramètre de correction d'énergie cinétique, conformément à l'ISO 1628-1.

NOTE — La correction d'énergie cinétique Δt devient insignifiante si elle est inférieure à 0,2 % de t . Pour un viscosimètre modèle Ubbelohde, type OC, Δt est négligeable si le temps d'écoulement est supérieur à 270 s; pour un microviscosimètre Ubbelohde, type MI, Δt est négligeable si t est supérieur à 70 s.

6 Appareillage (voir ISO 1628-1 : 1984, article 5)

6.1 Viscosimètre capillaire, à niveau suspendu, modèle Ubbelohde, type OC, avec un diamètre de capillaire de 0,36 mm et un volume de réservoir de 2 ml, conforme aux descriptions de l'ISO 3105, ou **microviscosimètre Ubbelohde**, type MI, avec un diamètre de capillaire de 0,40 mm et un volume de réservoir de 0,75 ml.

On peut utiliser un autre type de viscosimètre parmi ceux figurant dans l'ISO 3105 à la condition que cet appareil fournisse des résultats équivalents à ceux obtenus à l'aide du viscosimètre prescrit qui doit servir de référence en cas de litige.

L'étalonnage du viscosimètre utilisé doit être contrôlé conformément à la méthode prescrite dans l'annexe A.

6.2 Chronomètre, dont la précision soit, pour le viscosimètre Ubbelohde type OC, de 0,1 s et, pour le type MI, de 0,02 s.

6.3 Bain thermostaté, permettant d'obtenir une température de 25 °C ± 0,05 °C.

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

6.5 Balance, précise à 0,1 mg.

6.6 Entonnoir muni d'un filtre en verre fritté, diamètre maximal des pores 40 µm (classe de porosité P 40 conformément à l'ISO 4793).

6.7 Agitateur.

7 Solvant et solution (voir également ISO 1628-1 : 1984, article 6)

7.1 Solvant

Chloroforme, de qualité analytique reconnue, stabilisé avec moins de 1 % (V/V) d'éthanol, conservé dans un flacon brun, à l'obscurité.

7.2 Échantillon

Il est essentiel que l'échantillon soit représentatif du produit essayé.

7.3 Concentration de la solution

La concentration de la solution doit être de 2,6 g de polymère par litre de solution.

7.4 Préparation de la solution

Peser, à 0,1 mg près, 0,26 g ± 0,005 g d'échantillon et déposer dans la fiole jaugée (6.4). Ajouter 50 ml de chloroforme (7.1) et dissoudre entièrement l'échantillon en secouant. Puis, compléter jusqu'au trait repère avec du chloroforme à 20 °C ± 1 °C et secouer brièvement de nouveau.

Les modifications particulières provoquées par des additifs augmentant la viscosité doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Lorsqu'on est en présence de matières pigmentées et/ou contenant des additifs spéciaux, il faut augmenter la quantité pesée et déposée dans la fiole jaugée de manière que la solution contienne 0,26 g d'homopolymères et de copolymères MMA par 100 ml.

8 Température de mesurage

La température doit être de 25 °C ± 0,05 °C.

9 Mode opératoire (voir ISO 1628-1 : 1984, article 8)

Utiliser l'entonnoir filtrant (6.6) pour introduire le solvant (chloroforme) ou la solution d'essai directement dans le tube du viscosimètre.

Déterminer le temps d'écoulement du solvant et de la solution d'essai à 25 °C ± 0,05 °C en effectuant entre trois et cinq passages à travers le même viscosimètre. Si la différence entre les temps de passage est supérieure à 0,2 s dans le cas du viscosimètre Ubbelohde type OC, et à 0,03 s dans le cas du microviscosimètre Ubbelohde type MI, recommencer l'essai avec la même solution après avoir nettoyé le viscosimètre avec du solvant et l'avoir séché.

Le mode opératoire décrit ci-dessus peut être modifié en conséquence si l'on utilise un viscosimètre conforme à l'ISO 3105, différent du modèle Ubbelohde.

10 Expression des résultats (voir ISO 1628-1 : 1984, article 9)

L'équation (3) donnée ci-dessous est conforme à l'ISO 1628-1 mais elle comporte la correction d'énergie cinétique. Cela est nécessaire pour obtenir des résultats précis avec la taille de viscosimètre prescrite.

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

$$\text{I.V.} = \frac{1}{c} \left(\frac{v}{v_0} - 1 \right) = \frac{1}{c} \left(\frac{t - \Delta t}{t_0 - \Delta t_0} - 1 \right) \quad \dots (3)$$

où

v est la viscosité de la solution;

v_0 est la viscosité du solvant;

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

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

c est la concentration, exprimée en grammes par millilitre, de la solution;

Δt est la correction d'énergie cinétique pour t (voir annexe A);

Δt_0 est la correction d'énergie cinétique pour t_0 (voir annexe A).

L'équation relative à l'indice de viscosité est donnée dans l'ISO 1628-1:

$$\text{I.V.} = \frac{t - t_0}{t_0 c} \quad \dots (4)$$

Elle peut être utilisée pour donner des résultats d'une précision similaire si l'on se sert d'un viscosimètre dont le capillaire a un diamètre inférieur, de sorte que la correction d'énergie cinétique est inférieure à 0,2 % du temps d'écoulement.

11 Rapport d'essai

Voir ISO 1628-1 : 1984, article 10.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1628-6:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/718740f4-c13f-4e86-bf08-57ab84d6cb49/iso-1628-6-1990>

Annexe A (normative)

Étalonnage du viscosimètre

A.1 L'expérience a montré que la très haute précision nécessaire à la détermination de l'indice de viscosité des solutions d'homopolymères et de copolymères MMA ne pouvait pas toujours être atteinte avec les viscosimètres Ubbelohde disponibles dans le commerce en raison des légères irrégularités du capillaire. Il est donc recommandé de contrôler la précision du viscosimètre en se servant de liquides d'étalonnage dont on connaît bien la viscosité cinématique^[1].

3. Tétrachloroéthylène (de qualité analytique reconnue)

$\nu_{25\text{ °C}} = 0,525\ 7\ \text{mm}^2/\text{s}$
$\rho_{25\text{ °C}} = 1,614\ 4\ \text{g/ml}$

Effectuer un mesurage avec le liquide standard en réalisant entre trois et cinq passages et déterminer la correction d'énergie cinétique Δt_{si} pour les liquides standard particuliers en utilisant l'équation

$$\Delta t_{si} = t_{si} - \frac{\nu_i}{k} \quad \dots (A.2)$$

A.2 Constante du viscosimètre k

Utiliser du n -undécane (de qualité analytique reconnue) à 25 °C en effectuant entre trois et cinq passages à travers le même viscosimètre et en déterminant le temps d'écoulement t conformément à l'ISO 3105 : 1976, article 5. Calculer alors la constante k du viscosimètre à l'aide de l'équation

$$k = \frac{\nu}{t} \quad \dots (A.1)$$

en sachant que, pour le n -undécane à 25 °C, la valeur de ν est de 1,467 5 mm²/s.

NOTE — La masse volumique ρ du n -undécane à 25 °C est de 0,736 5 g/ml.

A.3 Corrections d'énergie cinétique Δt_0 et Δt

La correction d'énergie est négligeable si elle est inférieure à 0,2 % du temps d'écoulement.

Le viscosimètre Ubbelohde type OC répond aux exigences si le temps d'écoulement est supérieur à 270 s (viscosimètre ASTM).

Le microviscosimètre Ubbelohde type MI répond aux exigences si le temps d'écoulement est supérieur à 70 s.

Si le temps d'écoulement recommandé est inférieur à celui indiqué ci-dessus, appliquer la correction d'énergie cinétique à chacun des viscosimètres en utilisant les liquides standard de faible viscosité suivants:

1. Dichlorométhane (de qualité analytique reconnue)

$\nu_{25\text{ °C}} = 0,314\ 2\ \text{mm}^2/\text{s}$
$\rho_{25\text{ °C}} = 1,316\ 3\ \text{g/ml}$
2. Trichloroéthylène (de qualité analytique reconnue)

$\nu_{25\text{ °C}} = 0,369\ 3\ \text{mm}^2/\text{s}$
$\rho_{25\text{ °C}} = 1,455\ 5\ \text{g/ml}$

où

t_{si} est le temps d'écoulement, en secondes, du liquide standard i ;

ν_i est la viscosité cinématique, en millimètres carrés par seconde, du liquide standard i ;

k est la constante du viscosimètre, en millimètres carrés par seconde carrée.

L'interpolation linéaire entre les deux temps d'écoulement t_{s1} et t_{s2} pour les liquides standard $i = 1$ et $i = 2$ (voir figure A.1) donne la correction d'énergie cinétique Δt_0 pour le temps d'écoulement t_0 du solvant (chloroforme), conformément aux équations suivantes:

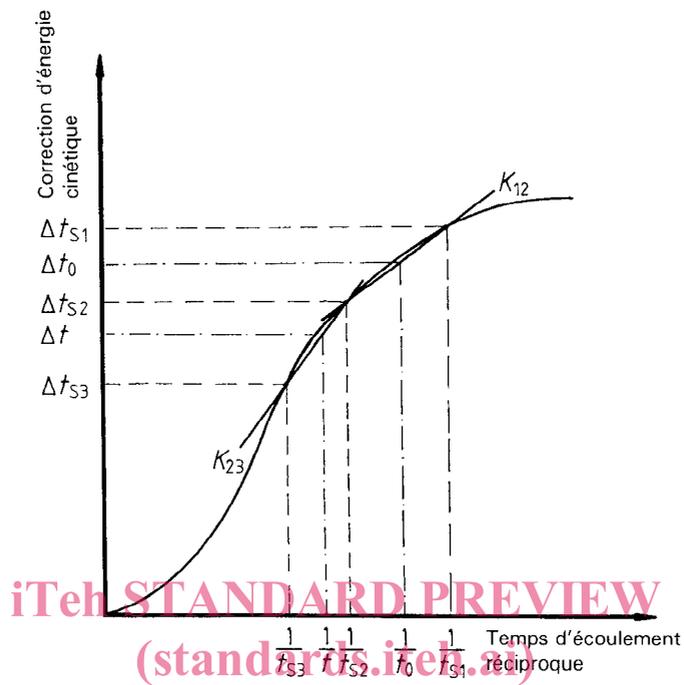
$$\Delta t_0 = \Delta t_{s1} - K_{12} \left(\frac{1}{t_{s1}} - \frac{1}{t_0} \right) \quad \dots (A.3)$$

$$K_{12} = \frac{\Delta t_{s1} - \Delta t_{s2}}{\frac{1}{t_{s1}} - \frac{1}{t_{s2}}} = \frac{\Delta t_{s1} - \Delta t_0}{\frac{1}{t_{s1}} - \frac{1}{t_0}} \quad \dots (A.4)$$

De la même manière, l'interpolation entre les deux temps d'écoulement t_{s2} et t_{s3} pour les liquides standard $i = 2$ et $i = 3$ (voir figure A.1) donne la correction d'énergie cinétique Δt pour le temps d'écoulement t de la solution, conformément aux équations suivantes:

$$\Delta t = \Delta t_{s2} - K_{23} \left(\frac{1}{t_{s2}} - \frac{1}{t} \right) \quad \dots (A.5)$$

$$K_{23} = \frac{\Delta t_{s2} - \Delta t_{s3}}{\frac{1}{t_{s2}} - \frac{1}{t_{s3}}} = \frac{\Delta t_{s2} - \Delta t}{\frac{1}{t_{s2}} - \frac{1}{t}} \quad \dots (A.6)$$



ISO 1628-6:1990
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/718740f1-c13f-4e86-bf08-57ab84d6ch49/iso.1628-6.1990>
 Figure A.1 – Correction d'énergie cinétique en fonction du temps d'écoulement réciproque

Annexe B (normative)

Détermination de la viscosité intrinsèque

La viscosité intrinsèque $[\eta]$, exprimée en millilitres par gramme, des solutions des polymères de méthacrylate de méthyle peut être déterminée à partir des valeurs obtenues avec une seule concentration en utilisant l'équation suivante^[2]:

$$[\eta] = \sqrt{\frac{2}{c} \left[\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c} - \frac{\ln\left(\frac{\eta}{\eta_0}\right)}{c} \right]} \quad \dots \text{ (B.1)}$$

où

η est la viscosité dynamique, en millipascals secondes, de la solution;

η_0 est la viscosité dynamique, en millipascals secondes, du solvant;

c est la concentration de polymère, en grammes par millilitre de solution.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Annexe C

(informative)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/718740f4-c13f-4e86-bf08-57ab84d6cb49/iso-1628-6-1990>

Bibliographie

- [1] BAUER, H. et MEERLENDER, G., Precise viscosity measurements of Newtonian liquids with $\nu < 1 \text{ mm}^2/\text{s}$ for the selection of suitable standards. *Rheologica Acta* **23**: 514-521 (1984).
- [2] BILLMEYER, F.W., Jr., *Journal of Polymer Science* **4**: 83 (1949).

CDU 678.744.335 : 532.13.08

Descripteurs: plastique, polymère, méthacrylate de méthyle, essai, essai physique, détermination, viscosité, indice de viscosité.

Prix basé sur 6 pages
