

C E T E S B

DETERMINAÇÃO DO NÚMERO DE VISCOSIDADE DE POLIETILENO  
E DE POLIPROPILENO EM SOLUÇÃO DILUÍDA  
Método de Ensaio

T5.512

SUMÁRIO

	Página
1 Objetivo.....	1
2 Aparelhagem.....	1
3 Execução do ensaio.....	2
4 Resultados.....	5

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de ensaio para a determinação do número de viscosidade de polietileno e de polipropileno a  $135^{\circ}\text{C}$  em solução diluída.

1.2 Esta Norma é aplicável para polipropileno e para polietilenos de baixa, média e alta densidade.

2 APARELHAGEM

2.1 Frasco graduado de 100 ml, com rolha esmerilhada.

2.2 Pipeta ou bureta de 50 ml.

2.3 Banho termoequilibrado a  $135 \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ .

2.4 Banho termoequilibrado a  $20 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ .

2.5 Picnômetro.

2.6 Viscosímetro Ubbelohde cujas dimensões essenciais são mostradas na Figura 1. Outros viscosímetros poderão ser utilizados, desde que o diâmetro e o comprimento do tubo capilar assim como o volume do bulbo superior forem os indicados na Figura 1.

2.7 Estufa capaz de manter a temperatura de aproximadamente  $150^{\circ}\text{C}$ .

2.8 Balança analítica, com precisão de 0,0001 g.

2.9 Cronômetro com precisão de 0,1 s.

2.10 Solvente.

2.10.1 O solvente utilizado é o decahidronaftaleno, p.a.

### 3 EXECUÇÃO DO ENSAIO

#### 3.1 Corpo de prova

3.1.1 O corpo de prova deve ser em forma de pó ou pedaços pequenos, ambos secos, para facilitar a dissolução e podem ter origem tanto da matéria-prima como do artigo manufaturado.

#### 3.2 Procedimento

##### 3.2.1 Limpeza do viscosímetro

3.2.1.1 Usar uma solução sulfocrômica. Em seguida enxaguar com água e acetona e por fim secar através da passagem de ar seco, livre de pó e outras impurezas.

##### 3.2.2 Medida do tempo de escoamento do solvente

3.2.2.1 Deve ser feita de acordo com o ítem 3.2.5 e efetuadas 3 vezes consecutivamente.

A variação entre si dos valores medidos deve ser inferior a 0,2 s.

##### 3.2.3 Escolha da concentração da solução

3.2.3.1 A concentração da solução deve ser escolhida de modo que o aumento relativo da viscosidade:

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{t - t_0}{t_0}$$

Seja maior que 0,2 e menor que 1.

onde:  $\eta$  = viscosidade dinâmica da solução;  
 $\eta_0$  = viscosidade dinâmica do solvente;  
 $t$  = valor aritmético médio do tempo de escoamento da solução;  
 $t_0$  = valor aritmético médio do tempo de escoamento do solvente.

3.2.3.2 Caso o valor aproximado do número de viscosidade do polímero seja conhecido, a concentração da solução deve ser escolhida entre os valores da Tabela.

3.2.3.3 Nos casos em que o valor aproximado do número de viscosidade do polímero não seja conhecido, deve ser utilizada uma concentração de solução de 0,001 g/ml e, com o resultado obtido é escolhida a concentração correta da solução, de acordo com a Tabela.

##### 3.2.4 Preparo da solução

TABELA - Concentração da solução em função do número de viscosidade do polímero

Número de Viscosidade ml/g	Concentração (C) g/ml
40 a 200 (exclusive)	0,005
200 a 1000 (inclusive)	0,001
1000 (exclusive) a 5000	0,0002

dimensões em mm

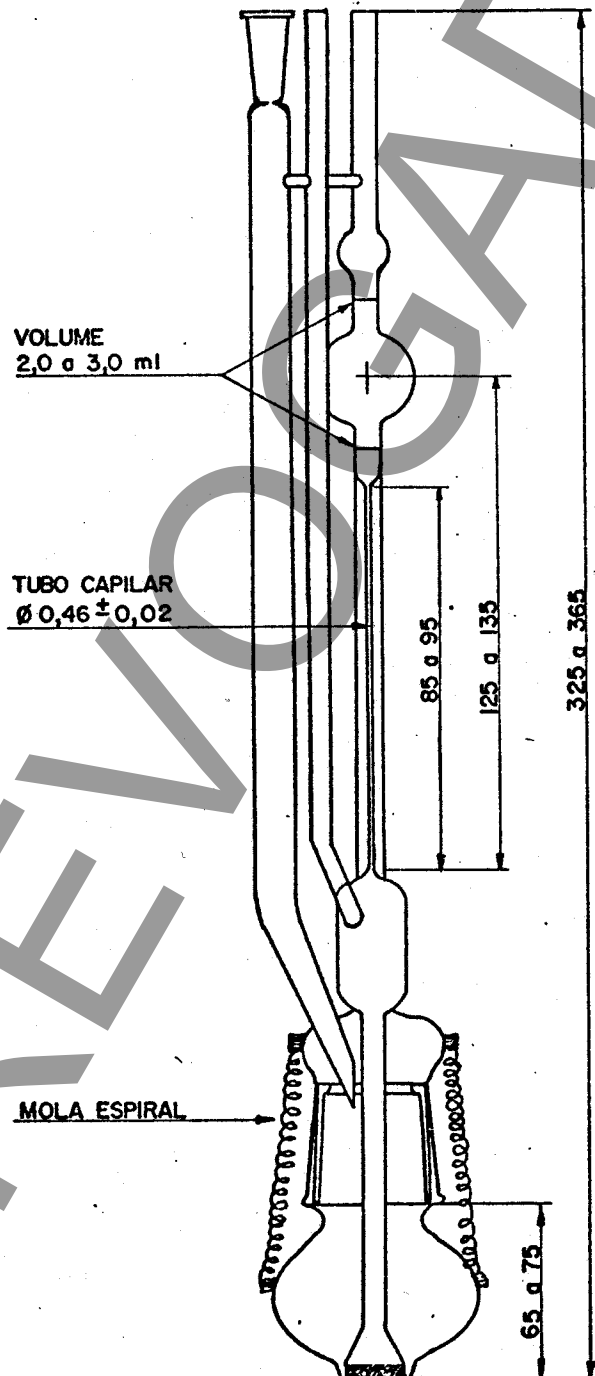


FIGURA 1 - Viscosímetro Ubbelohde modificado para ensaios a alta temperatura

3.2.4.1 Estimar a massa  $\underline{m}$  do corpo de prova a ser pesado, com aproximação de 1 mg, pela seguinte equação:

$$m = c \cdot V \cdot e$$

onde:  $m$  = massa do corpo de prova, em g;  
 $c$  = concentração da solução a 135°C, em g/ml;  
 $V$  = volume do solvente a 20°C, em ml (normalmente é utilizado 50 ml como volume do solvente);  
 $e$  = coeficiente de expansão do solvente de 20°C a 135°C dado pela relação entre as massas específicas nas ditas temperaturas:

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

3.2.4.2 Pesar a massa estimada  $\underline{m}$  do corpo de prova na balança analítica com precisão de 0,0002 g.

3.2.4.3 Introduzir a massa  $\underline{m}$  pesada no frasco do viscosímetro (Figura 2).

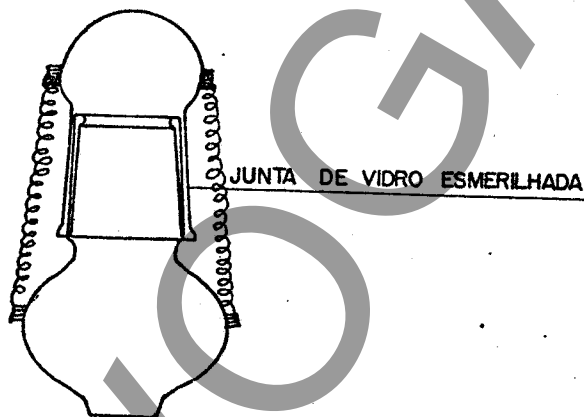


FIGURA 2 - Detalhe do frasco do viscosímetro Ubbelohde modificado para ensaios a altas temperaturas

3.2.4.4 Adicionar, por meio de uma pipeta, no frasco do viscosímetro o volume  $V$  do solvente retirado de um frasco graduado mantido a 20°C  $\pm$  0,1°C.

Fechar o frasco e colocar na estufa à temperatura aproximada de 150°C mantendo-o sob agitação contínua durante duas horas.

### 3.2.5 Medida do tempo de escoamento da solução

Sobre a parte esmerilhada do frasco, passar uma fina camada de vaselina, para obter uma boa vedação.

Montar o viscosímetro (Figura 1) e imergí-lo no banho termoestabilizado à temperatura de 135  $\pm$  0,2°C. O conjunto é fixado na posição vertical e condicionado durante 15 minutos.

Por aspiração, elevar o nível da solução a aproximadamente 10 mm acima da marca de referência superior do bulbo. Permitir o escoamento da solução. Acionar o cronômetro quando o menisco estiver na marca de referência superior do bulbo.

Parar o cronômetro quando o menisco atingir a marca de referência inferior do bulbo.

Ler o intervalo de tempo gasto com precisão de 0,1 s. Repetir a operação e medir o tempo de escoamento diversas vezes até que 3 leituras consecutivas não difiram de seu valor médio mais que 0,2 s, caso contrário o ensaio deve ser repetido.

#### 4 RESULTADOS

##### 4.1 Número de viscosidade

O número de viscosidade em ml/g, é calculado da seguinte forma:

$$N.V. = \frac{t - t_0}{t_0 \cdot C}$$

onde: N.V. = número de viscosidade, em ml/g;

t = média aritmética do tempo de escoamento da solução, em s;

t<sub>0</sub> = média aritmética do tempo de escoamento do solvente, em s;

C = concentração da solução a 135°C, em g/ml.

##### 4.2 Relatório

Devem constar os seguintes itens:

4.2.1 Identificação completa do material testado.

4.2.2 O viscosímetro utilizado.

4.2.3 A concentração da solução, em g/ml.

4.2.4 Os valores individuais e a média aritmética do tempo de escoamento da solução, em s.

4.2.5 Os valores individuais e a média aritmética do tempo de escoamento do solvente, em s.

4.2.6 O número de viscosidade (N.V.) arredondado em número inteiro, expresso em ml/g.