
**Plastiques — Polyamides —
Détermination de l'indice de viscosité**

Plastics — Polyamides — Determination of viscosity number

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 307:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f93e382e-d07b-4f00-a2a9-9e6e51e9db79/iso-307-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f93e382e-d07b-4f00-a2a9-9e6e51e9db79/iso-307-2003>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 307:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f93e382e-d07b-4f00-a2a9-9e6e51e9db79/iso-307-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f93e382e-d07b-4f00-a2a9-9e6e51e9db79/iso-307-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs et produits	2
6 Appareillage	3
7 Préparation des échantillons d'essai	4
8 Calcul de la masse de la prise d'essai	5
9 Choix du solvant	6
10 Mode opératoire	7
11 Expression des résultats	8
12 Répétabilité et reproductibilité	10
13 Relation entre l'indice de viscosité déterminé dans l'acide sulfurique à 96 % (par masse) et la viscosité relative déterminée dans différents autres solvants	10
14 Rapport d'essai	19
Annexe A (normative) Détermination de la concentration de l'acide sulfurique commercial [95 % (par masse) à 97 % (par masse)] et ajustement à 96 % (par masse)	20

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 307 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 307:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f93e382e-d07b-4f00-a2a9-9e6e51e9db79/iso-307-2003>

Plastiques — Polyamides — Détermination de l'indice de viscosité

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de l'indice de viscosité de solutions diluées de polyamides dans certains solvants spécifiés.

La méthode est applicable aux polyamides désignés PA 46, PA 6, PA 66, PA 69, PA 610, PA 612, PA 11, PA 12, PA 6T/66 et PA MXD6, tels que définis dans l'ISO 1874-1, ainsi qu'aux copolyamides et autres polyamides solubles dans l'un des solvants spécifiés dans les conditions spécifiées.

La méthode n'est pas applicable aux polyamides obtenus par polymérisation anionique des lactames ou produits avec des agents de réticulation; de tels polyamides sont normalement insolubles dans les solvants spécifiés.

En général, les échantillons de polyamide doivent être complètement solubles dans les solvants mentionnés, et les additifs qu'ils contiennent (par exemple des fibres de renfort, des retardateurs de flamme et des modifiants) ne doivent pas perturber le mesurage de la viscosité. Toutefois, la méthode peut être utilisée pour le contrôle de la production des composés contenant des additifs affectant le mesurage de la viscosité. Dans de tels cas, un composé déterminé dans un solvant déterminé présentera un indice de viscosité spécifique qui, en principe, ne peut pas être converti d'un solvant à l'autre, sauf au moyen d'une relation spécifique au composé en question. L'indice de viscosité converti par ce moyen n'est applicable qu'à la comparaison des produits entre eux.

L'indice de viscosité est déterminé selon la méthode générale spécifiée dans l'ISO 1628-1, en tenant compte des conditions particulières spécifiées dans la présente Norme internationale.

La détermination de l'indice de viscosité d'un polyamide fournit une mesure de la masse moléculaire relative du polymère.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

ISO 1628-1:1998, *Plastiques — Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide de viscosimètres à capillaires — Partie 1: Principes généraux*

ISO 1874-1:1992, *Plastiques — Matériaux polyamides (PA) pour moulage et extrusion — Partie 1: Désignation*

ISO 3105:1994, *Viscosimètres à capillaires en verre pour viscosité cinématique — Spécifications et instructions d'utilisation*

ISO 3451-4:1998, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 4: Polyamides*

ISO 307:2003(F)

ISO 6427:1992, *Plastiques — Détermination des matières extractibles par des solvants organiques (Méthodes conventionnelles)*

ISO 15512:1999, *Plastiques — Dosage de l'eau*

ASTM D 789-98, *Standard Test Methods for Determination of Relative Viscosity and Moisture Content of Polyamide (PA)*

JIS K 6920-2:2000, *Plastics — Polyamide (PA) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 1628-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 indice de viscosité

IV

(d'un polymère) valeur donnée par la formule

$$IV = \left(\frac{\eta}{\eta_0} - 1 \right) \times \frac{1}{c} \quad (1)$$

où

η est la viscosité d'une solution de polymère dans un solvant spécifié;

η_0 est la viscosité du solvant, exprimée dans les mêmes unités que η ;

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

NOTE Habituellement, l'indice de viscosité est exprimé en millilitres par gramme.

4 Principe

Les temps d'écoulement du solvant et de la solution de polyamide, à une concentration de 0,005 g/ml dans le solvant, sont mesurés à 25 °C, le même viscosimètre étant utilisé pour les deux mesurages. L'indice de viscosité est calculé à partir des mesures obtenues et de la concentration connue de la solution.

5 Réactifs et produits

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

AVERTISSEMENT — Éviter tout contact avec la peau et l'inhalation des vapeurs des solvants et des liquides de nettoyage.

5.1 Solvants

5.1.1 Acide sulfurique, solution à (96 ± 0,15) % (par masse).

Pour la détermination de la concentration de l'acide sulfurique commercial [95 % (par masse) à 97 % (par masse)] et son ajustement à 96,0 % (par masse), voir l'Annexe A.

5.1.2 Acide formique, solution à $(90 \pm 0,15)$ % (par masse).

Le solvant doit être stocké dans un flacon de verre brun. Sa concentration doit être vérifiée au moins toutes les deux semaines. Il ne doit pas contenir plus de 0,2 % (par masse) d'acide acétique ou de formiate de méthyle.

5.1.3 *m*-Crésol, répondant aux spécifications suivantes:

- aspect: clair et non coloré
- teneur en *m*-crésol: 99 % (par masse) min.
- teneur en *o*-crésol: 0,3 % (par masse) max.
- teneur en eau: 0,13 % (par masse) max.

Du *m*-crésol de pureté requise peut être obtenu par distillation de *m*-crésol chimiquement pur, de préférence sous vide.

Pour éviter l'oxydation, il convient de compenser la variation de pression par de l'azote de préférence. La pureté du solvant peut être vérifiée par chromatographie en phase gazeuse. Le solvant doit être stocké dans un flacon de verre brun.

5.2 Liquides de nettoyage

5.2.1 Solution d'acide chromique, préparée en mélangeant des volumes égaux d'acide sulfurique ($\rho = 1,84$ g/ml) et d'une solution saturée de dichromate de potassium. Si nécessaire, la solution d'acide chromique peut être remplacée par d'autres liquides de nettoyage d'efficacité égale.

5.2.2 Acétone, fraîchement distillée. [ISO 307:2003
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f93e382e-d07b-4f00-a2a9-9e6e51e9db79/iso-307-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f93e382e-d07b-4f00-a2a9-9e6e51e9db79/iso-307-2003)

6 Appareillage

6.1 Étuve à vide, pression inférieure à 100 kPa.

6.2 Balance, précise à 0,1 mg.

6.3 Fiole jaugée, de 50 ml de capacité, conforme aux exigences de l'ISO 1042, munie d'un bouchon en verre rodé.

6.4 Appareil d'agitation à secousse ou **agitateur magnétique**.

6.5 Entonnoir filtrant en verre fritté, avec une dimension de pores comprise entre 40 μm et 100 μm (classe P 100), ou **tamis en acier inoxydable**, avec ouvertures d'environ 0,075 mm².

6.6 Viscosimètre, de type Ubbelohde à niveau suspendu, conforme aux exigences de l'ISO 3105. Les dimensions essentielles du viscosimètre sont données à la Figure 1. Pour l'utilisation avec la solution d'acide formique (5.1.2), le diamètre intérieur du capillaire doit être de 0,58 mm \pm 2 % (conforme aux exigences de grandeur n° 1 de l'ISO 3105). Pour l'utilisation avec la solution d'acide sulfurique (5.1.1) ou le *m*-crésol (5.1.3), le diamètre intérieur du capillaire doit être de 1,03 mm \pm 2 % (conforme aux exigences de grandeur n° 2 de l'ISO 3105).

D'autres types de viscosimètres cités dans l'ISO 3105 peuvent être utilisés, à condition que les résultats soient équivalents à ceux obtenus à l'aide du viscosimètre Ubbelohde spécifié ci-dessus. En cas de litige, toutefois, le viscosimètre Ubbelohde doit être utilisé.

6.7 Bain thermostatique, à même d'être maintenu à 25 °C \pm 0,05 °C.

6.8 Chronomètre, précis à 0,1 s.

6.9 Centrifugeuse.

7 Préparation des échantillons d'essai

7.1 Généralités

Les échantillons d'essai de polyamide pour la détermination de l'indice de viscosité doivent être complètement solubles dans les solvants mentionnés, et les additifs qu'ils contiennent (fibres de renfort, retardateurs de flamme et modifiants) ne doivent pas perturber le mesurage de la viscosité, ou bien il doit être possible de séparer quantitativement les additifs de la solution, comme dans le cas, par exemple, des fibres de verre et des fibres de carbone.

Si la teneur en ces additifs est supérieure à 2 % (par masse), elle doit être déterminée quantitativement pour permettre de calculer la masse exacte de la prise d'essai (voir le Tableau 1).

Exception: utiliser un échantillon extrait si les additifs sont des matières extractibles (voir 7.2).

Tableau 1 — Détermination des additifs contenus dans les échantillons de polyamide pour permettre de calculer la masse exacte de la prise d'essai

Caractéristique déterminée	Méthode d'essai	Additifs déterminables	Remarques	Voir Paragraphe
Teneur en matières extractibles	ISO 6427	Fractions à bas poids moléculaire Plastifiants Stabilisants Agents de glissement	Extraire l'échantillon avant la détermination (ainsi pas de correction nécessaire à la masse de la prise d'essai)	7.2
Résidu après hydrolyse dans l'acide chlorhydrique dilué (sans cendres)	—	Modifiants polymères (par exemple copolymères éthylène et E/P) Fibres de carbone Retardateurs de flamme organiques	Examiner la solubilité (si nécessaire, déterminer aussi le taux de cendres et le résidu après dissolution)	7.3
Résidu après dissolution dans l'acide formique à 90 % (par masse) (sans cendres)	—	Carbonates Métaux en poudre Pigments Retardateurs de flamme organiques		7.4
Taux de cendres (pas de conversion en oxyde)	ISO 3451-4	Fibres de verre Silicates Retardateurs de flamme inorganiques	Si nécessaire, accroître la masse de la prise d'essai	7.5

7.2 Échantillons avec des ingrédients extractibles

Le polymère broyé restant après extraction conformément à l'ISO 6427 doit être séché durant 3 h à 100 °C sous vide et utilisé comme échantillon d'essai.

7.3 Échantillons avec des auxiliaires (non hydrolysables et sans cendres) insolubles dans l'acide chlorhydrique, par exemple modifiants polymères, fibres de carbone et certains retardateurs de flamme

Des essais préliminaires doivent être effectués afin de déterminer si l'échantillon est complètement soluble dans le solvant à utiliser, c'est-à-dire qu'il ne forme pas de particules de gel.

La fraction de modifiant polymère et d'autres additifs insolubles dans l'acide chlorhydrique est déterminée à partir du résidu après hydrolyse et la quantité exacte d'échantillon de polyamide à peser est calculée à l'aide de l'Équation (3).

Si des fibres de carbone détectables dans le résidu après hydrolyse sous microscope optique sont présentes, elles doivent être éliminées de la solution d'échantillon de polyamide par filtration au moyen d'un creuset filtrant à plaque en verre fritté.

7.4 Échantillons avec des auxiliaires solubles dans l'acide chlorhydrique dilué et/ou ne pouvant pas être déterminés à partir des cendres pour cause de formation d'oxyde, par exemple carbonates, métaux en poudre et certains pigments

Le résidu après dissolution dans l'acide formique à 90 % (par masse) est déterminé de la façon suivante.

Secouer ou agiter l'échantillon de polyamide durant plusieurs heures à température ambiante dans environ 10 fois son propre volume d'acide formique à 90 % (par masse), en utilisant le mode opératoire décrit en 10.2.

Séparer le résidu solide par filtration.

Laver le résidu avec précaution à l'acide formique à 90 % (par masse), puis à l'acétone. Sécher ensuite durant 3 h à 100 °C sous vide. Peser.

7.5 Échantillons avec des auxiliaires déterminables par les cendres, par exemple fibres de verre et silicates

Le taux de cendres est déterminé par la méthode spécifiée dans l'ISO 3451-4, et la quantité d'échantillon de polyamide à peser est calculée à l'aide de l'Équation (3). Si nécessaire, filtrer la solution d'échantillon à travers un creuset filtrant à plaque en verre fritté avant d'effectuer la détermination.

NOTE Toutes les fibres de verre de dimensions usuelles contenues dans l'échantillon se seront complètement décantées après 3 h à 4 h. En conséquence, la solution d'essai peut être décantée pour la détermination et n'a ainsi pas besoin d'être filtrée.

8 Calcul de la masse de la prise d'essai

8.1 Polyamides avec une teneur en matières extractibles ne dépassant pas 2,00 % (par masse)

Calculer la masse m_c , en milligrammes, de la prise d'essai comme suit:

$$m_c = \frac{250}{1 - \frac{w_1 + w_2 + w_3}{100}} \quad (2)$$

où

- w_1 est la teneur en eau de l'échantillon, exprimée en pourcentage par masse, déterminée conformément à l'ISO 15512;
- w_2 est la teneur en matériaux inorganiques de l'échantillon (par exemple charges ou fibres de verre), exprimée en pourcentage par masse, déterminée conformément à l'ISO 3451-4;
- w_3 est la teneur en autres matériaux de l'échantillon (par exemple autres polymères tels que polyoléfinés, ou additifs tels que retardateurs de flamme), exprimée en pourcentage par masse, déterminée par des méthodes appropriées.

Les corrections pour w_1 , w_2 et w_3 n'ont besoin d'être appliquées que si chacune de ces valeurs dépasse 0,5 % (par masse).

8.2 Polyamides avec une teneur en matières extractibles de plus de 2,00 % (par masse)

Prendre comme échantillon d'essai le matériau extrait et séché conformément à 7.2. Calculer la masse m_c , en milligrammes, de la prise d'essai comme suit:

$$m_c = \frac{250}{1 - \frac{w_2 + w_3}{100 - w_4}} \quad (3)$$

où

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

m_c , w_2 et w_3 ont les mêmes significations qu'en 8.1;

w_4 est la teneur en matières extractibles de l'échantillon exprimée en pourcentage par masse.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f93e382e-d07b-4f00-a2a9->

Il a été supposé dans ce calcul que w_2 et w_3 ont été déterminés sur un échantillon non extrait et que le matériau extrait et séché sera tenu au sec, de sorte qu'il n'est pas nécessaire de faire une correction pour la teneur en eau de l'échantillon.

NOTE La dissolution, dans 50 ml de solvant, d'une prise d'essai pesant exactement m_c mg donnera une solution contenant (presque) exactement 5 mg de polymère par millilitre. Pour des raisons pratiques, des masses de prise d'essai de $(m_c \pm 5)$ mg sont permises. La concentration réelle de polymère en résultant est prise en compte pour le calcul de l'indice de viscosité.

9 Choix du solvant

9.1 La valeur de l'indice de viscosité dépend du solvant utilisé.

Trois solvants différents sont décrits dans la présente Norme internationale: solution d'acide sulfurique (5.1.1), solution d'acide formique (5.1.2) et *m*-crésol (5.1.3). Les temps d'écoulement des solvants doivent être déterminés au moins chaque jour d'utilisation (voir 10.3). Si le temps d'écoulement d'un solvant diffère de plus de 1 % de la valeur initiale au moment de sa préparation, le solvant doit être mis au rebut et un nouveau solvant doit être préparé.

Le solvant ou les solvants à utiliser pour un polyamide particulier sont spécifiés ci-après.

9.2 Pour PA 6, PA 46, PA 66, PA 69, PA 610, PA MXD6 et les copolyamides correspondants, la solution d'acide sulfurique ou la solution d'acide formique doit être utilisée comme solvant, à moins que ces polyamides ne contiennent des additifs qui libèrent des gaz dans les solvants acides, auquel cas le *m*-crésol doit être utilisé comme solvant.

NOTE Des graphiques pour l'interconversion des indices de viscosité déterminés dans l'acide sulfurique et dans l'acide formique comme solvants sont donnés à la Figure 2. La fiabilité de la conversion est examinée en 13.1.

9.3 Pour PA 612 et les copolyamides correspondants, la solution d'acide sulfurique ou le *m*-crésol doit être utilisé comme solvant.

NOTE Des graphiques pour l'interconversion des indices de viscosité déterminés dans ces deux solvants sont donnés à la Figure 3. La fiabilité de la conversion est examinée en 13.2.

9.4 Pour les copolymères PA 11, PA 12, PA 11/12 et pour PA 6T/66, le *m*-crésol doit être utilisé comme solvant.

9.5 Pour les autres polyamides, l'un quelconque des trois solvants peut être utilisé.

10 Mode opératoire

10.1 Nettoyage du viscosimètre

Nettoyer le viscosimètre (6.6) avant sa première utilisation, également après toutes lectures discordantes (par exemple lorsque deux déterminations successives du temps d'écoulement du solvant diffèrent de plus de 0,4 s), ainsi qu'à intervalles réguliers au cours de l'utilisation. À cet effet, le laisser reposer durant au moins 12 h, rempli d'un agent de nettoyage (5.2), par exemple la solution d'acide chromique (5.2.1). Évacuer l'agent de nettoyage, rincer le viscosimètre avec de l'eau, puis avec de l'acétone (5.2.2) et sécher, par exemple avec un léger courant d'air filtré ou dans l'étuve à vide (6.1).

Après chaque détermination, vider le viscosimètre, le rincer avec le solvant puis avec de l'eau, et enfin avec de l'acétone (5.2.2), puis sécher comme indiqué ci-dessus.

Toutefois, si la solution suivante à mesurer est une solution de polyamide de même type et de viscosité similaire, il est permis de vider le viscosimètre, de le laver avec la solution à mesurer, puis de le remplir avec cette solution.

10.2 Préparation de la solution d'essai

Peser, à 0,2 mg près, une prise d'essai de ($m_c \pm 5$) mg, où m_c est la masse calculée conformément à l'Article 8, en opérant rapidement pour minimiser l'absorption d'eau par le polymère. Si la pesée prend plus de 2 min, éliminer le matériau et recommencer une autre pesée.

Transférer la prise d'essai dans la fiole jaugée de 50 ml (6.3) et ajouter environ 40 ml du solvant choisi conformément à l'Article 9. Fermer la fiole et secouer ou agiter à l'aide de l'appareil d'agitation ou de l'agitateur magnétique (6.4) le contenu jusqu'à dissolution du polymère. Cette opération peut prendre de 0,5 h, environ, à plusieurs heures, selon le type de polyamide et la taille des particules de la prise d'essai. Lorsque la solution d'acide sulfurique ou la solution d'acide formique est utilisée comme solvant, la température ne doit pas dépasser 30 °C. Lorsque le *m*-crésol est utilisé comme solvant, la température peut être augmentée jusqu'à 95 °C à 100 °C. Pour PA 6T/66, 2 h à 90 °C ont été établies comme étant des conditions adaptées. Si, lors du chauffage à de telles températures élevées, la dissolution nécessite plus de 2 h, ce fait doit être mentionné dans le rapport d'essai.

Après dissolution complète, refroidir la solution à environ 25 °C, ajuster jusqu'au repère avec le solvant et bien mélanger. La température de la solution lors de la dilution doit être comprise entre 23 °C et 27 °C. Si l'agitateur magnétique (6.4) a été utilisé, le retirer de la solution avant la dilution et le rincer avec le solvant, en ajoutant les liquides de rinçage au contenu de la fiole.

NOTE Dans le cas de polyamides de masse moléculaire relative extrêmement élevée, des solutions exemptes de veinage ne peuvent pas toujours être obtenues, malgré des durées prolongées de secouage ou d'agitation. De telles solutions d'essai ne peuvent être utilisées que pour des comparaisons réciproques avec des produits similaires.