

---

---

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

*Plastics — Polyamides — Determination of viscosity number*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 307:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c440d4c2-e3f7-4ce2-ae91-a12b9379f181/iso-307-2007>



**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 307:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c440d4c2-e3f7-4ce2-ae91-a12b9379f181/iso-307-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c440d4c2-e3f7-4ce2-ae91-a12b9379f181/iso-307-2007>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2007

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	2
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Principe</b> .....	3
5 <b>Réactifs et produits</b> .....	3
5.1 <b>Solvants et réactifs</b> .....	3
5.2 <b>Liquides de nettoyage</b> .....	5
6 <b>Appareillage</b> .....	5
7 <b>Préparation des échantillons pour essai</b> .....	6
7.1 <b>Généralités</b> .....	6
7.2 <b>Échantillons contenant moins de 98 % (fraction massique) de polyamide</b> .....	6
8 <b>Calcul de la masse de la prise d'essai</b> .....	6
9 <b>Choix du solvant</b> .....	7
10 <b>Mode opératoire</b> .....	7
10.1 <b>Nettoyage du viscosimètre</b> .....	7
10.2 <b>Préparation de la solution d'essai</b> .....	8
10.3 <b>Mesurage du temps d'écoulement</b> .....	9
11 <b>Expression des résultats</b> .....	10
12 <b>Répétabilité et reproductibilité</b> .....	11
13 <b>Relation entre l'indice de viscosité déterminé dans une solution d'acide sulfurique à 96 % (fraction massique) et la viscosité relative déterminée dans différents autres solvants</b> .....	11
14 <b>Rapport d'essai</b> .....	12
<b>Annexe A (informative) Détermination de la concentration de l'acide sulfurique commercial (95 % à 98 %) et ajustement à 96 % par titrage</b> .....	14
<b>Annexe B (informative) Détermination de la concentration de l'acide sulfurique (95 % à 98 %) et ajustement à 96 % par mesurage du temps d'écoulement dans un petit viscosimètre capillaire</b> .....	17
<b>Annexe C (informative) Détermination de la concentration de l'acide formique commercial et ajustement à 90 % par titrage</b> .....	19
<b>Annexe D (informative) Détermination de la concentration de l'acide formique commercial à 90 % par mesurage de la masse volumique</b> .....	21
<b>Annexe E (informative) Relation entre l'indice de viscosité déterminé dans une solution d'acide sulfurique à 96 % (fraction massique) et la viscosité déterminée dans différents solvants</b> .....	24
<b>Bibliographie</b> .....	33

## 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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 307:2003), qui a fait l'objet d'une révision technique.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c440d4c2-e3f7-4ce2-ae91-a12b9379f181/iso-307-2007>

## Introduction

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 détermination de l'indice de viscosité d'un polyamide fournit une valeur qui dépend de la masse moléculaire du polymère, mais qui n'est pas strictement corrélée à la masse moléculaire.

Les additifs tels que les retardeurs de flamme et les modifiants affectent souvent le mesurage de la viscosité et peuvent avoir comme effet d'augmenter l'indice de viscosité dans un solvant et de diminuer l'indice de viscosité dans un autre solvant. L'étendue de l'effet dépend entre autres de l'additif, de la quantité d'additif, de la présence d'autres additifs et des réactions.

L'indice de viscosité d'un échantillon de polyamide contenant des additifs qui affectent le mesurage de la viscosité, mesuré dans un solvant spécifique, représente un indice de viscosité spécifique pour le polyamide étudié dans les conditions réelles de mesurage. L'indice de viscosité mesuré ne peut pas, en principe, être converti d'un solvant à un autre et est uniquement adapté à des comparaisons intraproduit.

L'indice de viscosité des polyamides purs ou des polyamides qui contiennent des additifs qui n'affectent pas le mesurage de la viscosité peut être converti d'un solvant à un autre par une relation générale pour ce type de polyamide.

Il est nécessaire que les échantillons d'essai de polyamide pour la détermination de l'indice de viscosité soient complètement solubles dans les solvants mentionnés. Il est également indispensable que les additifs qu'ils contiennent, notamment les fibres de carbone et de verre, soient séparés de la solution.

Étant donné qu'il n'est pas possible de faire la distinction entre les matières extractibles telles que le caprolactame, ses oligomères et les autres additifs extractibles, elles sont considérées comme une partie intégrante de l'échantillon, et sont par conséquent incluses dans la masse de l'échantillon.

La méthode d'essai est applicable au contrôle de la production et à la comparaison intraproduit même si le polyamide contient des additifs qui affectent le mesurage de la viscosité. Toutefois, il convient de tenir compte du fait que des écarts dans les résultats de la viscosité puissent être provoqués par le polyamide lui-même, les effets des additifs présents, ou une combinaison de ces éléments.

L'influence des additifs sur la détermination de la viscosité peut être vérifiée en comparant les résultats de la viscosité de mélanges à sec et les échantillons d'une production régulière à plusieurs concentrations de l'additif étudié et dans les solvants concernés. Il convient de noter que les autres additifs présents peuvent également influencer le résultat de la viscosité.

La répétabilité et la reproductibilité de la méthode d'essai sont fortement influencées par l'exactitude de la concentration du solvant, l'utilisation de la correction de Hagenbach, le cas échéant, et la température du solvant lors de la dilution de la solution de l'échantillon.

Deux viscosimètres spécifiques sont recommandés dans la présente Norme internationale. En outre, d'autres types de viscosimètres indiqués dans l'ISO 3105 peuvent également être utilisés, dans la mesure où il est démontré que les résultats sont équivalents à ceux obtenus avec les viscosimètres recommandés. Lors de la prochaine révision, on s'attend à ce que l'utilisation des autres types de viscosimètres sera exclue.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 307:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c440d4c2-e3f7-4ce2-ae91-a12b9379f181/iso-307-2007>

# 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.

Il est nécessaire que les échantillons de polyamide soient complètement solubles dans les solvants mentionnés. Les additifs tels que les retardateurs de flamme et les modifiants affectent souvent le mesurage de la viscosité, ce qui augmente l'indice de viscosité dans l'acide formique et diminue l'indice de viscosité dans l'acide sulfurique. L'étendue de l'effet pour les composés polyamide dépend de l'additif, de la quantité d'additif, de la présence d'autres additifs et des conditions de fabrication.

Pour les polyamides purs ou les polyamides contenant des additifs qui n'affectent pas le mesurage de la viscosité, la détermination de l'indice de viscosité d'un polyamide fournit une mesure de la masse moléculaire du polymère. L'indice de viscosité des polyamides purs ou des polyamides qui contiennent des additifs qui n'affectent pas le mesurage de la viscosité peut être converti d'un solvant à un autre.

L'indice de viscosité des polyamides contenant des additifs qui affectent le mesurage de la viscosité est spécifique au solvant utilisé et à la composition du matériau. Dans ce cas, l'indice de viscosité mesuré ne peut pas être converti d'un solvant à l'autre.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c440d4c2-e3f7-4ce2-ae91->

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, PA 6I/6T, PA 6T/6I/66, PA 6T/6I, PA 6I/6T/66 et PA MXD6, tels que définis dans l'ISO 1874-1, ainsi qu'aux copolyamides, aux composés polyamides et aux 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 étant normalement insolubles dans les solvants spécifiés.

L'indice de viscosité est déterminé selon le mode opératoire général spécifié dans l'ISO 1628-1, en tenant compte des conditions particulières spécifiées dans la présente Norme internationale.

## 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

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

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

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

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

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

ASTM D789, *Standard test methods for determination of relative viscosity 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*

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

### 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.

[ISO 307:2007](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c440d4c2-e3f7-4ce2-ae91-a12b9379f181/iso-307-2007>

#### 3.1

##### indice de viscosité d'un polymère

indice calculé par la formule suivante pour les viscosimètres mentionnés dans la présente Norme internationale et des temps d'écoulement suffisamment longs pour qu'aucune correction de l'énergie cinétique ne soit nécessaire:

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

où

$\eta$  est la viscosité d'une solution de polymère dans un solvant spécifié, en Pascal secondes ou N/m<sup>2</sup>-s;

$\eta_0$  est la viscosité du solvant, exprimée dans les mêmes unités que  $\eta$ ;

$\frac{\eta}{\eta_0}$  est la viscosité relative d'une solution du polymère dans un solvant spécifié;

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

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



NOTE 1 Pour un viscosimètre particulier utilisé, pour un solvant et une solution ayant des masses volumiques sensiblement égales, le rapport de viscosité est donné par le rapport des temps d'écoulement pour la concentration de la solution:

$$\frac{\eta}{\eta_0} \quad (2)$$

où

$\frac{\eta}{\eta_0}$  est la viscosité relative d'une solution de polymère dans un solvant spécifié.

NOTE 2 Comme mentionné dans l'ISO 3105, en cas de temps d'écoulement en dessous de 200 s et 60 s, pour les viscosimètres Ubbelohde de type 1 et 2 respectivement, une correction pour tenir compte de l'énergie cinétique est à appliquer: il s'agit de la correction de Hagenbach. Pour les autres types de viscosimètres, la correction de l'énergie cinétique est à appliquer si la correction est  $\geq 0,15$  %.

NOTE 3 Le temps d'écoulement d'un liquide est lié à sa viscosité par la formule:

$$v = \frac{\eta}{\rho} = C \times t - \left( \frac{A}{t^2} \right) \quad (3)$$

où

$v$  est le rapport viscosité/masse volumique, en mètres carrés par seconde;

$\rho$  est la masse volumique du liquide, en kilogrammes par mètre cube;

$C$  est la constante du viscosimètre, en mètres carrés par seconde carrée;

$t$  est le temps d'écoulement, en secondes;

$A$  est le paramètre de la correction de l'énergie cinétique, en mètres carrés secondes.

NOTE 4 Pour un viscosimètre particulier utilisé, pour un solvant et une solution ayant des masses volumiques sensiblement égales ainsi qu'un facteur d'énergie cinétique donné, le rapport de viscosité:

$$\frac{\eta}{\eta_0} \quad (4)$$

est donné par le rapport des temps d'écoulement de la concentration de la solution dans la présente Norme internationale, chaque temps d'écoulement réduit à l'aide de la correction de Hagenbach indiquée par le fabricant du viscosimètre en fonction du temps d'écoulement

## 4 Principe

Les temps d'écoulement d'un solvant et d'une solution du 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 de ces mesurages et de la concentration connue de la solution.

## 5 Réactifs et produits

### 5.1 Solvants et réactifs

Seuls des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente doivent être utilisés.

**AVERTISSEMENT** — Certains produits chimiques, par exemple le 1,1,2,2-tétrachloroéthane, sont interdits dans certains pays. L'utilisateur doit vérifier les réglementations nationales avant d'appliquer les produits chimiques mentionnés dans la présente norme.

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

**5.1.1 Acide sulfurique**, solution à 96,00 %  $\pm$  0,20 % (fraction massique).

Pour la détermination de la concentration de l'acide sulfurique commercial (95 % à 98 %) et son ajustement à 96,00 %, voir les Annexes A et B.

**5.1.2 Acide formique**, solution à 90,00 %  $\pm$  0,15 % (fraction massique).

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

Pour la détermination de la concentration d'acide formique commercial (90 %) et son ajustement à 90,00 %  $\pm$  0,15 %, voir les Annexes C et D.

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

- aspect: clair et non coloré
- teneur en *m*-crésol: 99 % (fraction massique) min.
- teneur en *o*-crésol: 0,3 % (fraction massique) max.
- teneur en eau: 0,13 % (fraction massique) 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, de l'azote doit être utilisé pour compenser la variation de pression. La pureté du solvant peut être vérifiée par chromatographie en phase gazeuse. Le solvant doit être stocké dans un flacon de verre brun.

**5.1.4 Phénol**, à 99 % (fraction massique) min.

**5.1.5 1,1,2,2-tétrachloroéthane**, à 99,5 % (fraction massique) min.

**5.1.6 Phénol/1,1,2,2-tétrachloroéthane.**

Peser 6 parties (fraction massique) de phénol (5.1.4) et dissoudre dans 4 parties (fraction massique) de 1,1,2,2-tétrachloroéthane (5.1.5). Travailler à une exactitude de 1 % ou plus lors des pesages. Agiter le mélange dans son conteneur original à 23 °C pour éviter la cristallisation.

**5.1.7 Acide orthophosphorique**, à 85 % (fraction massique), masse volumique: 1,71 g/l.

**5.1.8 *m*-Crésol/200 mg d'acide phosphorique.**

Transférer 50 ml de *m*-Crésol (5.1.3) dans un vase à peser (6.4) et ajouter 0,14 ml d'acide orthophosphorique (5.1.7.) avec une pipette en verre (6.5). Fermer le vase et agiter avec un agitateur magnétique pendant 30 min à 100 °C. Ajouter la solution à environ 800 ml de *m*-crésol dans une fiole jaugée tout en poursuivant l'agitation. Rincer le vase à peser plusieurs fois avec du *m*-crésol et ajouter celui-ci à la solution de *m*-crésol. Retirer l'agitateur magnétique et ajuster jusqu'au repère. Agiter la solution pendant 30 min.

## 5.2 Liquides de nettoyage

**5.2.1 Solution d'acide chromique**, préparée en mélangeant des volumes égaux d'acide sulfurique (à 96 %  $\rho_0 = 1,84$  g/ml, qualité industrielle) et une solution saturée de dichromate de potassium (à 99,5 %, qualité industrielle). Si nécessaire, la solution d'acide chromique peut être remplacée par d'autres liquides de nettoyage d'efficacité égale.

**5.2.2 Acétone**, (à 99,5 %, qualité industrielle) ou tout solvant soluble dans l'eau à bas point d'ébullition (qualité industrielle).

## 6 Appareillage

**6.1 Étuve à vide**, pression inférieure à 100 kPa.

**6.2 Balance**, exacte à 0,1 mg.

**6.3 Fiole jaugée**, d'une capacité de 50 ml ou 100 ml, conforme aux exigences de l'ISO 1042, munie d'un bouchon en verre rodé.

**6.4 Vase à peser**, d'une capacité de 100 ml muni d'un bouchon en verre rodé.

**6.5 Pipette**, de 0,2 ml, graduée à 0,01 ml.

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

**6.7 Entonnoir filtrant en verre fritté**, avec une dimension de pores comprise entre 40  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$  (classe P 100) ou tamis en acier inoxydable, avec ouvertures d'environ 0,075 mm<sup>2</sup>.

**6.8 Viscosimètre**, de type Ubbelohde à niveau suspendu, conforme aux exigences de l'ISO 3105. Les dimensions essentielles du viscosimètre sont indiquées 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 dans la mesure où il est démontré que les résultats sont équivalents à ceux obtenus à l'aide des viscosimètres Ubbelohde spécifiés ci-dessus. En cas de litige, toutefois, le viscosimètre recommandé doit être utilisé.

L'ISO 1628-1 doit être suivie pour sélectionner un ou des autre(s) type(s) de viscosimètre.

NOTE Dans la présente Norme internationale, les viscosimètres Ubbelohde N°s 1 et 2 selon l'ISO 3105 sont recommandés. On s'attend à ce que, lors de la prochaine révision quinquennale, seuls ces deux viscosimètres soient autorisés.

**6.9 Thermomètre**, un thermomètre à tube de verre à «immersion totale», exact à 0,05 °C dans la plage à utiliser et avec un état d'étalonnage connu, est adéquat. D'autres dispositifs thermométriques de précision au moins égale peuvent être utilisés.

**6.10 Bain thermostatique**, à même d'être maintenu à 25,00 °C  $\pm$  0,05 °C.

**6.11 Dispositif de mesure du temps**, par exemple un chronomètre, exact à 0,1 s.

**6.12 Centrifugeuse.**

## 7 Préparation des échantillons pour essai

### 7.1 Généralités

Les échantillons pour essai de polyamide pour la détermination de l'indice de viscosité doivent être solubles dans les solvants mentionnés, à l'exception des additifs présents tels que les charges de renfort.

NOTE Pour le contrôle de la production, le temps de dissolution de certains échantillons peut être trop long pour permettre un contrôle de la production adéquat. Dans ce cas, le matériau peut être broyé afin de réduire le temps de dissolution, dans la mesure où il est démontré que les résultats sont équivalents.

### 7.2 Échantillons contenant moins de 98 % (fraction massique) de polyamide

Pour les échantillons contenant plus de 2 % d'additifs, la quantité d'additifs doit être déterminée soit par une méthode spécifiquement mise au point, soit d'après la formulation. La méthode de détermination sera mentionnée dans le rapport.

La teneur en eau de l'échantillon doit être déterminée conformément à l'ISO 15512. Le taux de cendres doit être déterminé conformément à l'ISO 3451-4.

La quantité adéquate d'échantillon de polyamide à peser est calculée en utilisant l'équation de l'Article 8.

Certains additifs, par exemple le trioxyde de diantimoine et le sulfure de zinc, sont complètement volatilisés au cours de la calcination réalisée conformément à l'ISO 3451-4. Les matériaux renforcés avec des fibres de verre contiennent du trioxyde de diantimoine retardateur de flamme et/ou d'autres additifs volatiliables. Si la teneur totale en additifs est supérieure à 2 %, ils doivent être pris en compte par la formulation de l'échantillon pour calculer la prise d'essai exacte.

NOTE Lors d'un contrôle de la qualité de la production, le temps de réponse en laboratoire pour la détermination des additifs peut être trop long pour permettre un contrôle de la production adéquat. Dans ce cas, la teneur en additif(s) dans la formulation de production peut être utilisée pour calculer la quantité d'échantillon si la variation totale du contenu du polymère est inférieure à 4 % (fraction massique), par exemple 65 % de PA se situerait dans une plage de 63 % à 67 %.

## 8 Calcul de la masse de la prise d'essai

Calculer la masse  $m_c$ , en milligrammes, de la prise d'essai conformément à l'Équation (5):

$$m_c = \frac{250}{1 - \frac{w_1 + w_2 + w_3}{100}} \quad (5)$$

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 les polyoléfines, ou les additifs tels que les retardateurs de flamme), exprimée en pourcentage par masse, déterminée par des méthodes appropriées.

Pour la teneur en additif(s) qui ne peut pas être déterminée, la teneur conforme à la formulation du produit doit être utilisée.

## 9 Choix du solvant

La valeur de l'indice de viscosité d'un polyamide dépend du solvant utilisé.

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

- a) Pour PA 6, PA 46, PA 66, PA 69, PA 610, PA MXD6 et les copolyamides correspondants, la solution d'acide formique ou l'acide sulfurique doit être utilisée comme solvant. Pour les polyamides contenant des additifs qui libèrent des gaz dans les solvants acides, le *m*-crésol doit être utilisé comme solvant. En cas de litige, l'acide formique doit être utilisé comme solvant.
- b) Pour PA 612, la solution d'acide sulfurique ou le *m*-crésol doit être utilisée comme solvant. En cas de litige, le *m*-crésol doit être utilisé.
- c) Pour les copolymères PA 11, PA 12, PA 11/12, le *m*-crésol doit être utilisé comme solvant. En cas de litige concernant le carboxylate d'ammonium qui influence la viscosité à travers la formation d'associations de groupements terminaux, des mesurages supplémentaires doivent être réalisés en utilisant une solution de *m*-crésol/acide phosphorique comme solvant (5.1.8).
- d) Pour PA 6T/66, PA 6I/66, PA 6I/6T, PA 6T/6I/66, PA 6T/6I, PA 6I/6T/66, du *m*-crésol ou du phénol/1,1,2,2-tétrachloroéthane doit être utilisé comme solvant. En cas de litige, le *m*-crésol doit être utilisé.
- e) Pour les autres polyamides, l'un quelconque des solvants mentionnés peut être utilisé.

NOTE 1 Dans la future révision de la présente Norme internationale, il est prévu que, pour un PA donné, un seul solvant sera autorisé.

NOTE 2 Les indices de viscosité des polyamides ne contenant pas d'additifs qui affectent le mesurage de la viscosité peuvent être convertis d'un solvant à un autre par une formule générale d'interconversion. Les graphiques utilisés pour l'interconversion sont mentionnés à l'Article 13 et présentés à l'Annexe E. La fiabilité des conversions est examinée à l'Annexe E.

## 10 Mode opératoire

### 10.1 Nettoyage du viscosimètre

Nettoyer le viscosimètre (6.8) 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), puis à des 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 prochaine solution 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.

NOTE En cas de contrôle de la production et de mesurage automatisé du temps d'écoulement par exemple, le viscosimètre peut être rempli de solvant pour anticiper le prochain échantillon.