

---

# NORME INTERNATIONALE



# 307

---

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

---

## Matières plastiques — Détermination de l'indice de viscosité des résines polyamides en solution diluée

*Plastics — Determination of viscosity number of polyamides in dilute solution*

Première édition — 1977-07-01

---

CDU 678.675-498.3 : 532.13

Réf. n° : ISO 307-1977 (F)

**Descripteurs** : matière plastique, polyamide, produit en solution, essai, essai physique, détermination, indice de viscosité, viscosimètre Ubbelohde.

Prix basé sur 5 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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 307 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Matières plastiques*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.12.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 307-1963, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne	Israël	Suède
Australie	Italie	Suisse
Autriche	Japon	Tchécoslovaquie
Belgique	Nouvelle-Zélande	Turquie
Chili	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	U.S.A.
Hongrie	Roumanie	
Inde	Royaume-Uni	

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

France

# Matières plastiques — Détermination de l'indice de viscosité des résines polyamides en solution diluée

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité (voir annexe A) d'une solution diluée de résine polyamide dans l'acide formique ou dans le métacrésol. La méthode est applicable uniquement aux résines donnant des solutions stables et des résultats reproductibles dans les conditions d'essai spécifiées.

1.2 Si l'on sait que l'échantillon contient du monomère<sup>1)</sup>, la quantité devra en être déterminée selon la méthode spécifiée dans l'ISO/R 599 et consignée dans le procès-verbal d'essai. La présence de monomère affecte considérablement la détermination de l'indice de viscosité de certains types de résine polyamide. Si l'échantillon contient un adjuvant ou une matière de charge, susceptible d'affecter la mesure de la viscosité, on l'éliminera selon un mode opératoire agréé par les parties intéressées.

1.3 La présente méthode est destinée à donner un aperçu de la structure moléculaire des résines polyamides et à permettre la comparaison de différents types.

## 3 PRINCIPE

Mesurage, à 25 °C, selon des méthodes conventionnelles, des temps d'écoulement du solvant et d'une solution contenant 0,005 g/ml de résine polyamide.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO/R 599, *Matières plastiques — Détermination du pourcentage des substances extractibles dans les polyamides.*

ISO/R 960, *Matières plastiques — Détermination de la teneur en eau des polyamides.*

Calcul de l'indice de viscosité à partir de ces mesures et de la concentration connue de la solution.

Les corrections de masse volumique et d'énergie cinétique sont faibles dans la présente méthode et ne sont pas appliquées.

## 4 RÉACTIFS

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 **Acide formique**, contenant  $90 \pm 0,2$  % (m/m) d'acide formique chimiquement pur, le complément étant de l'eau (voir annexe B),<sup>2)</sup> ou

4.2 **Métacrésol**, fraîchement distillé, point de fusion compris entre 11 et 12 °C.

4.3 **Liquides de nettoyage** : eau distillée, acide sulfurique concentré, solution aqueuse saturée de dichromate de potassium, éthanol à 95 à 96 % (V/V) et acétone.

## 5 APPAREILLAGE

5.1 **Pipette automatique**, de capacité 50 ml.

5.2 **Fiole à fond plat**, de capacité 150 ml, bouchée à l'émeri, ou

5.3 **Fiole jaugée**, de capacité 50 ml, bouchée à l'émeri.

5.4 **Entonnoir filtrant**, à plaque en verre fritté dont le diamètre des pores est supérieur à 40 µm mais non supérieur à 100 µm,<sup>3)</sup> ou

5.5 **Tamis conique**, en acier inoxydable, d'ouverture de maille 0,075 mm<sup>2</sup> environ.

5.6 **Bain d'eau**, réglable à  $25 \pm 0,05$  °C.

1) Dans le cadre de la présente Norme internationale, on entend par « monomère » le « monomère et le polymère de faible masse moléculaire » déterminés selon l'ISO/R 599.

2) Utiliser l'acide formique chaque fois que cela est possible, c'est-à-dire chaque fois que la résine est soluble dans ce solvant.

3) M. Bechtold, *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 60 (1907), 257 et 64 (1908), 328.

**5.7 Viscosimètre**, du type Ubbelohde à niveau suspendu, dont les dimensions essentielles sont données sur la figure, ou tout autre type de viscosimètre pouvant donner les mêmes résultats.

**5.8 Balance**, précise à 0,000 1 g.

**5.9 Chronomètre**, précis à 0,1 s.

**5.10 Burette**.

**5.11 Flacon**, en verre brun, relié à une burette automatique et muni d'un tube à chlorure de calcium sur l'entrée d'air.

## 6 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

L'échantillon doit être sous la forme de petits morceaux ou de poudre. Sa teneur en eau, déterminée selon l'ISO/R 960, devra être inférieure ou égale à 0,4 % (*m/m*).

En variante, cependant, si la teneur en eau est supérieure à 0,4 % (*m/m*) et est connue, la masse de la prise d'essai (7.2) pourra être ajustée de façon à obtenir la masse spécifiée de matériau sec.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

### 7.1 Nettoyage du viscosimètre

Avant sa première utilisation, après des lectures discordantes et à des intervalles réguliers pendant l'utilisation, nettoyer le viscosimètre (5.7) d'abord avec le solvant (4.1 ou 4.2) et, successivement, avec de l'eau et avec un mélange à volumes égaux composé d'acide sulfurique concentré et d'une solution aqueuse saturée de dichromate de potassium. Après rinçage à l'eau distillée, laver le viscosimètre avec de l'éthanol à 95 à 96 % (*V/V*) puis avec de l'acétone, et le sécher par le passage d'un courant d'air exempt de poussière. Entre des mesures successives satisfaisantes, laver le viscosimètre avec plusieurs fractions du solvant puis avec de l'acétone, et le sécher comme précédemment.

### 7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près,  $0,25 \pm 0,005$  g de résine.

### 7.3 Préparation de la solution d'essai

Procéder selon 7.3.1 ou 7.3.2.

**7.3.1** Transférer quantitativement la prise d'essai (7.2) dans la fiole de 150 ml (5.2). Ajouter, à l'aide de la pipette automatique (5.1), 50 ml du solvant (4.1 ou 4.2) dans la fiole, en prenant soin d'éviter la formation d'agglomérats, et mettre le bouchon en place.

a) Lorsqu'on utilise l'acide formique (4.1) comme

solvant, dissoudre la résine en tiédissant le mélange et en agitant, en prenant soin que la température ne dépasse pas 30 °C.

b) Lorsqu'on utilise le métacrésol (4.2) comme solvant, chauffer le mélange à 95 à 100 °C environ durant 2 h. Si une durée plus longue est nécessaire pour dissoudre la résine, il faudra l'indiquer dans le procès-verbal d'essai.

Refroidir la solution à 25 °C environ.

**7.3.2** En variante, lorsqu'on utilise l'acide formique (4.1) comme solvant, transférer quantitativement la prise d'essai (7.2) dans la fiole jaugée de 50 ml (5.3), ajouter 40 ml de l'acide formique et mettre le bouchon en place. Dissoudre la résine en tiédissant le mélange et en agitant, en prenant soin que la température ne dépasse pas 30 °C.

Refroidir la solution à 25 °C, compléter au volume avec le même acide formique et homogénéiser.

### 7.4 Mesures viscosimétriques

**7.4.1** Déterminer les temps d'écoulement de la solution d'essai (7.3) et du solvant avec le même viscosimètre; dans le cas du métacrésol, chauffer la quantité du solvant utilisée comme référence dans les mêmes conditions que celles adoptées pour la préparation de la solution d'essai [7.3.1 b)].

**7.4.2** Si l'on utilise un viscosimètre Ubbelohde, procéder de la façon suivante :

Filter le liquide à travers l'entonnoir filtrant à plaque en verre fritté (5.4) ou le tamis conique (5.5), directement dans le tube n° 1 (voir la figure) du viscosimètre, lequel est immergé dans le bain d'eau (5.6) maintenu à  $25 \pm 0,05$  °C, à une profondeur de 20 mm environ au-dessus du repère supérieur de graduation et fixé de façon que le tube n° 1 soit vertical. Remplir le viscosimètre d'un volume de liquide tel que le niveau se place entre les deux repères de remplissage. Après 10 min au moins, amener le liquide approximativement au milieu du réservoir supérieur par soufflage au moyen d'air exempt de poussière ou par aspiration. Placer un doigt sur le tube n° 2 jusqu'à ce que le liquide dégage l'extrémité inférieure du capillaire. Après enlèvement du doigt, mesurer, à 0,4 s près, le temps (qui ne devrait pas être inférieur à 100 s) mis par le ménisque pour passer d'un repère de graduation à l'autre. Souffler alors le liquide ou l'aspirer dans le réservoir supérieur et mesurer de nouveau le temps d'écoulement.

**7.4.3** Si l'on utilise un viscosimètre autre que le viscosimètre Ubbelohde, modifier le mode opératoire précédent en conséquence.

**7.4.4** Prendre comme temps d'écoulement de la solution d'essai la moyenne des résultats de deux déterminations qui ne diffèrent pas de plus de 0,4 s. Déterminer le temps moyen d'écoulement du solvant de la même manière.

Dimensions en millimètres

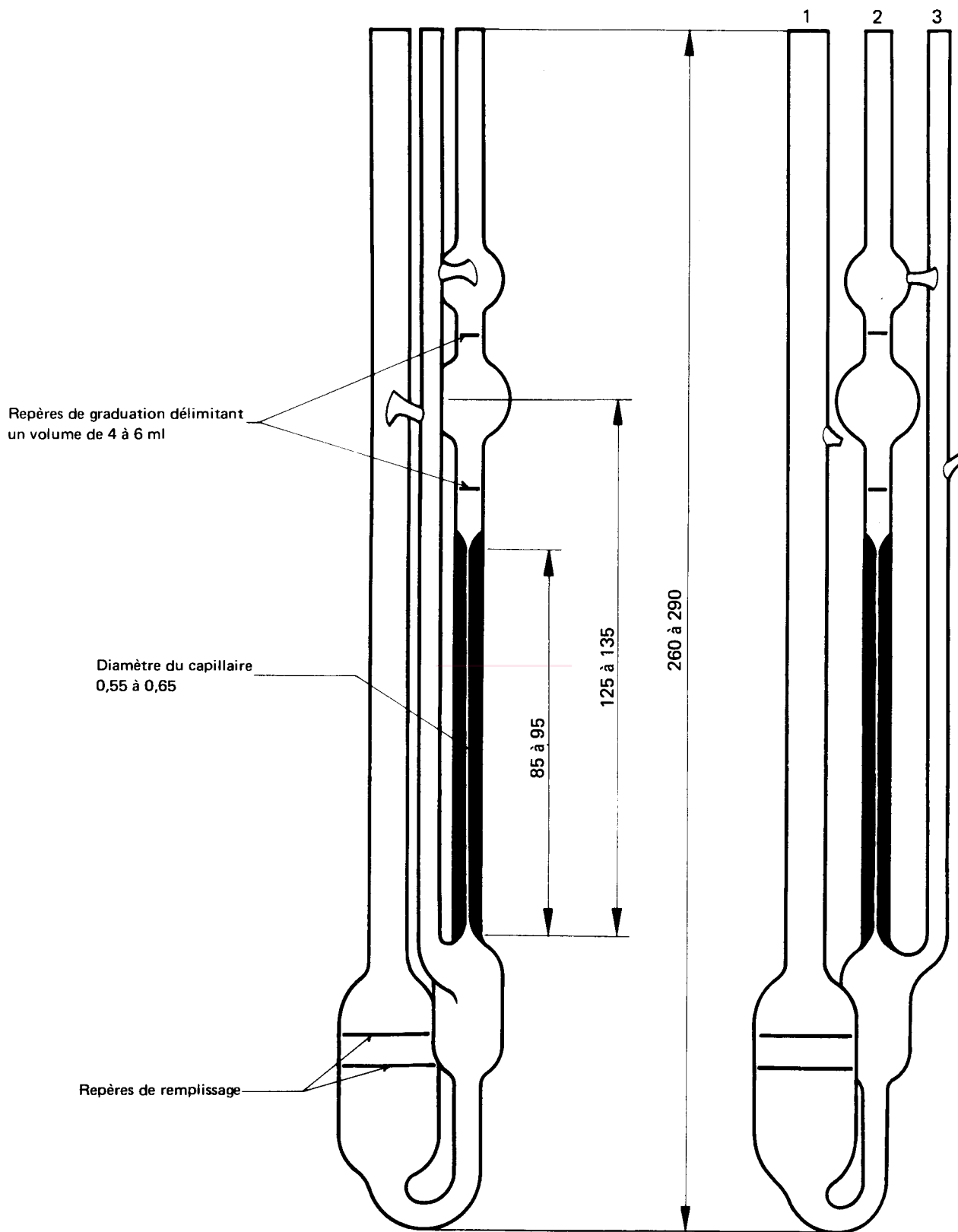


FIGURE – Viscosimètre Ubbelohde

NOTE – Le diamètre du capillaire doit être choisi de façon que le temps d'écoulement ne soit pas inférieur à 100 s; sur la figure, le diamètre donné est valable pour l'acide formique; pour le même type de viscosimètre, le métacrésol requiert un diamètre plus grand.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'indice de viscosité est donné par la formule

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

où

$t$  est le temps d'écoulement de la solution d'essai;

$t_0$  est le temps d'écoulement du solvant;

$c$  est la concentration, en grammes de soluté par millilitre de solution d'essai ou, avec une précision suffisante pour cette méthode, en grammes par millilitre de solvant.

Arrondir le résultat au nombre entier le plus proche.

## 9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète du produit étudié, comprenant type, provenance, numéros de code du fabricant, nom commercial, etc.;
- c) éventuellement, teneur en monomère;
- d) traitements éventuellement subis par l'échantillon avant l'essai;
- e) teneur en eau ou conditions de séchage;
- f) type de viscosimètre utilisé;
- g) solvant utilisé pour la détermination de l'indice de viscosité;
- h) indice de viscosité;
- i) conditions d'essai non prévues dans la présente Norme internationale et susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

## ANNEXE A

## EMPLOI DE L'EXPRESSION «INDICE DE VISCOSITÉ»

L'adoption de l'expression «indice de viscosité», précédemment «viscosité réduite», a été recommandée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC). Des indications détaillées sont données dans le *Journal of Polymer Science*, VIII (1952), No. 3, 269-270, où l'indice de viscosité est défini de la façon suivante :

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 c}$$

où

$\eta$  est la viscosité absolue de la solution;

$\eta_0$  est la viscosité absolue du solvant;

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

On a reproché à l'expression «indice de viscosité» de n'être pas entièrement satisfaisante, la quantité qu'elle représente n'étant pas sans dimension. Elle est utilisée dans cette méthode par défaut d'une expression plus adéquate, mais il est convenu qu'elle sera remplacée lorsqu'une expression plus satisfaisante sera recommandée par l'IUPAC.

## ANNEXE B

## PRÉPARATION DE L'ACIDE FORMIQUE

La solution d'acide formique à utiliser doit contenir  $90 \pm 0,2$  % (*m/m*) d'acide formique chimiquement pur. Pour préparer cette solution, diluer de l'acide formique concentré du commerce, de pureté analytique, avec de l'eau distillée à 90 % ou plus. Déterminer le titre exact de cette solution par titrage avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de phénolphthaléine comme indicateur. Calculer la quantité d'eau distillée à rajouter, si la solution ne contient pas 89,8 à 90,2 % d'acide formique, à partir du résultat de ce titrage. Après addition de cette nouvelle quantité d'eau distillée, déterminer de nouveau le titre par titrage comme cela est indiqué ci-dessus. Conserver la solution d'acide formique dans un flacon en verre brun bouché à l'émeri. Pour l'usage, ce flacon peut être relié à une burette automatique et muni d'un tube à chlorure de calcium sur l'entrée d'air. Vérifier le titre de l'acide formique toutes les 2 semaines.