
Norme internationale



307

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

Plastiques — Polyamides — Détermination de l'indice de viscosité

Plastics — Polyamides — Determination of viscosity number

Deuxième édition — 1984-05-15

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 307:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13ed76ff-50da-47cc-90f9-a98ff3e9b7a8/iso-307-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13ed76ff-50da-47cc-90f9-a98ff3e9b7a8/iso-307-1984>

CDU 678.675-498.3 : 532.13

Réf. n° : ISO 307-1984 (F)

Descripteurs : matière plastique, résine thermoplastique, polyamide, essai, détermination, indice de viscosité.

Prix basé sur 8 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, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Roumanie
Allemagne, R.F.	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Sri Lanka
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Iran	Suisse
Bésil	Iraq	Tanzanie
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Chine	Italie	URSS
Corée, Rép. de	Japon	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	
Espagne	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 307-1977).

Plastiques — Polyamides — Détermination de l'indice de viscosité

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité des solutions diluées de polyamides dans certains solvants spécifiés. La méthode est applicable aux polyamides désignés PA 6, PA 66, PA 69, PA 610, PA 612, PA 6(3)T, PA 11 et PA 12 comme défini dans l'ISO 1874/1, de même 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.

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

ISO 599, *Plastiques — Polyamides — Détermination des matières extractibles par le méthanol bouillant.*

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

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

ISO 1628/1, *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.*¹⁾

ISO 1874/1, *Plastiques — Polyamides homopolymères pour moulage et extrusion — Partie 1 : Désignation.*²⁾

ISO 3105, *Viscosimètres à capillaire, en verre, pour viscosité cinématique — Spécifications et modes d'emploi.*

ISO 3451/4, *Plastiques — Détermination des cendres — Partie 4 : Polyamides.*³⁾

3 Définition

indice de viscosité (d'un polymère) : Valeur donnée par la formule

$$\left(\frac{\eta}{\eta_0} \right) \frac{1}{\rho_P}$$

η est la viscosité de la solution de polymère dans le solvant;

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

ρ_P est la concentration du polymère dans la solution.

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

NOTE — Pour des définitions supplémentaires concernant la viscosimétrie des solutions de polymères, voir ISO 1628/1.

4 Principe

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

1) Actuellement au stade de projet. (Révision partielle de l'ISO/R 1628-1970.)

2) Actuellement au stade de projet. (Révision partielle de l'ISO/R 1874-1971.)

3) Actuellement au stade de projet.

5 Réactifs et produits

Au cours de la détermination, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

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

5.1 Solvants

5.1.1 Acide sulfurique, solution à $96 \pm 0,15$ % (m/m).

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

Le solvant doit être stocké dans un flacon de verre brun. Sa concentration doit être vérifiée au moins toutes les 2 semaines.

5.1.3 m-Crésol, répondant aux spécifications suivantes :

Aspect : clair et non coloré

Teneur en *m*-crésol : 99 % (m/m) min.

Teneur en *o*-crésol : 0,3 % (m/m) max.

Teneur en eau : 0,13 % (m/m) max.

Un *m*-crésol de la pureté requise peut être obtenu par distillation, de préférence sous vide, de *m*-crésol chimiquement pur. Pour éviter l'oxydation, la variation de pression doit être comprise de préférence par de l'azote. Sa pureté 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 de 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.

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 spécifications 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 et 100 μm , ou **tamis en acier inoxydable**, avec ouvertures d'environ 0,075 mm².

6.6 Viscosimètres, de type Ubbelohde à niveau suspendu, conformes aux spécifications de l'ISO 3105. Les dimensions principales des viscosimètres 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 spécifications du type 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 spécifications du type 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 des viscosimètres Ubbelohde spécifiés ci-dessus. Toutefois, en cas de désaccord, les viscosimètres Ubbelohde doivent être utilisés.

6.7 Bain thermostatique, pouvant être maintenu à $25 \pm 0,05$ °C.

6.8 Chronomètre, précis à 0,1 s.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

7.1 Détermination de la teneur en matières extractibles

La teneur en matières extractibles doit être connue. En principe, l'ISO 599, qui comporte l'extraction avec le méthanol bouillant, doit être utilisée à cette fin. Dans le cas des polymères eux-mêmes solubles dans le méthanol bouillant, le même mode opératoire doit être suivi, en utilisant un solvant différent. Ce dernier doit être capable de dissoudre les monomères et oligomères correspondants et de gonfler, bien que ne dissolvant pas, le polymère.

7.2 Polyamides avec une teneur en matières extractibles ne dépassant pas 2,00 % (m/m)

Il n'est pas nécessaire de procéder à l'élimination des matières extractibles de l'échantillon.

7.3 Polyamides avec une teneur en matières extractibles de plus de 2,00 % (m/m)

Le polymère broyé restant après l'extraction doit être séché par chauffage durant 3 h à une température de 80 à 100 °C sous vide et utilisé comme échantillon pour essai.

8 Calcul de la masse de la prise d'essai

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

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

$$m_c = \frac{250}{1 - \frac{w(\%)_1 + w(\%)_2 + w(\%)_3}{100}}$$

où

$w(\%)_1$ est la teneur en eau de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, déterminée selon l'ISO 960;

$w(\%)_2$ est la teneur en matériaux inorganiques (par exemple charges ou fibres de verre) de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, déterminée selon l'ISO 3451/4;

$w(\%)_3$ est la teneur en autres matériaux (par exemple autres polymères tels que polyoléfinés ou retardateurs de flamme) de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, déterminée selon des méthodes appropriées.

Les corrections pour $w(\%)_1$, $w(\%)_2$ et $w(\%)_3$ sont appliquées seulement si chacune de ces valeurs dépasse 0,5 % (m/m).

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

Prendre comme échantillon pour essai le matériau extrait et séché selon 7.3. Calculer la masse, m_c , en milligrammes, de la prise d'essai comme suit :

$$m_c = \frac{250}{1 - \frac{w(\%)_2 + w(\%)_3}{100 - w(\%)_4}}$$

où

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 en masse.

Il a été tenu compte dans ce calcul que $w(\%)_2$ et $w(\%)_3$ ont été déterminés sur un échantillon non extrait et que le matériau extrait et séché étant tenu au sec, 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 d'ordre pratique des masses de la 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 d'un polymère 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). Le temps d'écoulement des solvants doit être déterminé 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 temps de préparation, le solvant doit être rejeté et un nouveau solvant doit être préparé.

9.2 Pour les PA 6, 66, 69, 610 et les copolyamides correspondants, la solution d'acide sulfurique ou la solution d'acide formique doivent être utilisées comme solvant, à moins que ces

polyamides contiennent des additifs qui libèrent des gaz dans des solvants acides. Dans ce cas, le m -crésol doit être utilisé comme solvant.

NOTE — Des graphiques pour l'interconversion des indices de viscosité déterminés dans ces deux solvants, sont représentés à la figure 2. La fidélité de la conversion est discutée en 13.1.

9.3 Pour les PA 612, 6(3)T et les copolyamides correspondants, la solution d'acide sulfurique ou le m -crésol doit être utilisée comme solvant.

NOTE — Des graphiques pour l'interconversion des indices de viscosité déterminés dans ces deux solvants, sont représentés à la figure 3. La fidélité de la conversion est discutée en 13.2.

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

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

10 Mode opératoire

10.1 Nettoyage du viscosimètre

Nettoyer le viscosimètre (6.6) avant sa première utilisation, aussi après des lectures discordantes (par exemple quand deux déterminations successives du temps d'écoulement du solvant diffèrent de plus de 0,4 s) et par intervalles au cours de l'utilisation. Dans ce but, le laisser reposer pendant au moins 12 h rempli avec un agent de nettoyage, par exemple la solution d'acide chromique (5.2.1). Éliminer l'agent de nettoyage, rincer le viscosimètre avec de l'eau, ensuite 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.

Cependant, si la solution suivante à mesurer est une solution de polyamide du même type et de viscosité similaire, il est permis de vider le viscosimètre, de le laver avec la solution à mesurer, et ensuite 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 selon le chapitre 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 selon le chapitre 9. Fermer la fiole et secouer ou agiter à l'aide du dispositif (6.4) le contenu jusqu'à dissolution du polymère. Cette opération peut prendre approximativement 0,5 à plusieurs heures, dépendant du type de polyamide et de la taille des particules de la prise d'essai. Lorsqu'on utilise comme solvant la solution d'acide sulfurique ou la solution d'acide formique, la température ne doit

pas dépasser 30 °C. Lorsque le *m*-crésol est utilisé comme solvant, la température peut être augmentée jusqu'à 95 à 100 °C. Si, dans ce dernier cas, la dissolution demande plus de 2 h, ce fait doit être mentionné dans le procès-verbal d'essai.

Après dissolution complète, refroidir la solution à environ 25 °C, ajuster avec le solvant et bien mélanger. La température de la solution lors de la dilution doit être comprise entre 23 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 périodes prolongées de secouage ou d'agitation. De telles solutions ne peuvent être utilisées que pour la comparaison mutuelle avec des produits similaires.

10.3 Mesurage du temps d'écoulement

Filtrer la solution à travers le filtre en verre fritté (6.5) ou le tamis métallique directement dans le tube L du viscosimètre (voir figure 1). En alternative, centrifuger la solution à une fréquence de rotation d'environ 50 s⁻¹ et verser le liquide surnageant dans le viscosimètre (6.6). Le volume de liquide doit être tel qu'après écoulement, le niveau soit entre les repères de remplissage. Il est préférable d'effectuer le remplissage avec le viscosimètre en dehors du bain thermostatique (6.7) pour éviter la contamination du bain en cas de renversement accidentel.

Placer le viscosimètre dans le bain thermostatique maintenu à 25 ± 0,05 °C, en s'assurant que le tube N est vertical et que le repère de graduation supérieur, E, est au moins 30 mm en dessous de la surface du liquide du bain. Attendre au moins 15 min afin que le viscosimètre rempli atteigne la température du bain.

Fermer le tube M et souffler ou aspirer le liquide dans le bulbe supérieur du tube N en utilisant une poire en caoutchouc ou tout autre équipement similaire. Fermer le tube N. Ouvrir le tube M de manière que le liquide s'écoule du bas du tube capillaire. Ouvrir le tube N et mesurer, à 0,2 s près, le temps d'écoulement comme étant le temps pris par le bas du ménisque pour passer du repère E au repère F. Avec des solutions troubles, regarder le haut du ménisque. Répéter les mesurages du temps d'écoulement jusqu'à ce que deux valeurs successives ne diffèrent pas de plus de 0,25 %. Prendre la moyenne de ces deux valeurs comme temps d'écoulement de la solution.

Déterminer la moyenne du temps d'écoulement du solvant dans le même viscosimètre et de la même manière que celui de la solution. Mesurer le temps moyen d'écoulement seulement une fois lors de chaque série de déterminations; cependant, mesurer ce temps au moins chaque jour où le solvant est utilisé. Si deux déterminations successives de la moyenne du temps d'écoulement diffèrent de plus de 0,4 s, nettoyer le viscosimètre (voir 10.1).

Pour chaque échantillon de polyamide, effectuer au moins deux déterminations de l'indice de viscosité, en utilisant chaque fois une solution fraîche, jusqu'à ce que deux valeurs successives répondent à l'exigence au point de vue répétabilité correspondant au solvant utilisé (voir chapitre 12). Rapporter la moyenne de ces deux valeurs, arrondie à l'unité la plus proche, comme indice de viscosité de l'échantillon.

11 Expression des résultats

Calculer l'indice de viscosité *J*, en millilitres par gramme, à partir de l'équation

$$J = \left(\frac{t}{t_0} - 1 \right) \frac{1}{\rho_P}$$

où

t est le temps d'écoulement de la solution;

*t*₀ est le temps d'écoulement du solvant;

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

NOTE — La différence de masse volumique et les corrections d'énergie cinétique peuvent être négligées dans cette méthode; par conséquent, pour calculer l'indice de viscosité du polymère, le rapport des viscosités de la solution et du solvant (voir chapitre 3) peut être remplacé par le rapport des temps d'écoulement correspondants. De plus, la concentration du polymère est exprimée en grammes par millilitre de solvant au lieu de grammes par millilitre de solution, sans que cela introduise une erreur appréciable.

12 Répétabilité et reproductibilité

La répétabilité et la reproductibilité de la détermination de l'indice de viscosité dépendent du solvant utilisé. Les valeurs sont données dans le tableau suivant.

ISO 307:1984

Tableau

Solvant	Répétabilité %	Reproductibilité %
Solution d'acide sulfurique (5.1.1)	2	5
Solution d'acide formique (5.1.2)	2	10
<i>m</i> -Crésol (5.1.3)	3	10

NOTE — La répétabilité et la reproductibilité ont été déterminées au cours d'un essai interlaboratoire mené en 1982. Sept laboratoires ont participé. Le programme comprenait 11 échantillons de PA 6, 9 de PA 66, 3 de PA 69, 4 de PA 610, 5 de PA 612 et 2 de PA 6(3)T. Les indices de viscosité des échantillons ont été déterminés en double dans les deux solvants prescrits dans la présente Norme internationale.

13 Interconversion des indices de viscosité déterminés dans différents solvants

La relation entre les indices de viscosité déterminés dans différents solvants a été réalisée au cours d'un essai interlaboratoire; se reporter à la note du chapitre 12.

13.1 Indices de viscosité dans l'acide sulfurique à 96 % (m/m) et l'acide formique à 90 % (m/m) respectivement

Des graphiques relatifs à la relation entre les indices de viscosité des PA 6, 66, 69 et 610 déterminés dans la solution d'acide sulfurique (5.1.1) et dans la solution d'acide formique (5.1.2) sont représentés à la figure 2.

La valeur mesurée par un laboratoire dans l'un des solvants diffère, en général, de la valeur obtenue par conversion d'une mesure par un autre laboratoire dans l'autre solvant. Les intervalles de confiance à 95 % pour cette différence, ramenés en pourcentages des valeurs converties, sont

pour PA 6 ± 9 %

pour PA 66 ± 9 %

pour PA 69 ± 10 %

pour PA 610 ± 14 %

13.2 Indices de viscosité dans l'acide sulfurique à 96 % (*m/m*) et le *m*-crésol, respectivement

Des graphiques relatifs à la relation entre les indices de viscosité des PA 612 et PA 6(3)T dans la solution d'acide sulfurique (5.1.1) et dans le *m*-crésol (5.1.3) sont représentés à la figure 3.

Pour le PA 612, l'intervalle de confiance à 95 % pour la différence entre une valeur réellement mesurée et une valeur convertie dépend du sens de la conversion. Les intervalles, ramenés en pourcentages des valeurs converties, sont

valeur dans le *m*-crésol convertie en une valeur dans l'acide sulfurique à 96 % (*m/m*) : ± 17 %

valeur dans l'acide sulfurique à 96 % (*m/m*) convertie en une valeur dans le *m*-crésol : ± 9 %

NOTE — L'essai interlaboratoire n'a pas permis la détermination de (des) intervalle(s) de confiance pour la conversion des indices de viscosité du PA 6(3)T.

14 Procès-verbal d'essai

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

- référence de la présente Norme internationale;
- identification complète du matériau essayé;
- si l'échantillon contient plus de 0,5 % (*m/m*) d'autres matériaux selon 8.1, description de la méthode utilisée pour leur détermination;
- solvant utilisé;
- temps demandé pour la dissolution de l'échantillon dans le *m*-crésol à une température de 95 à 100 °C, s'il dépasse 2 h;
- indice de viscosité (valeurs individuelles et moyenne arithmétique des deux déterminations).

(standards.iteh.ai)

ISO 307:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13ed76ff-50da-47cc-90f9-a98ff3e9b7a8/iso-307-1984>

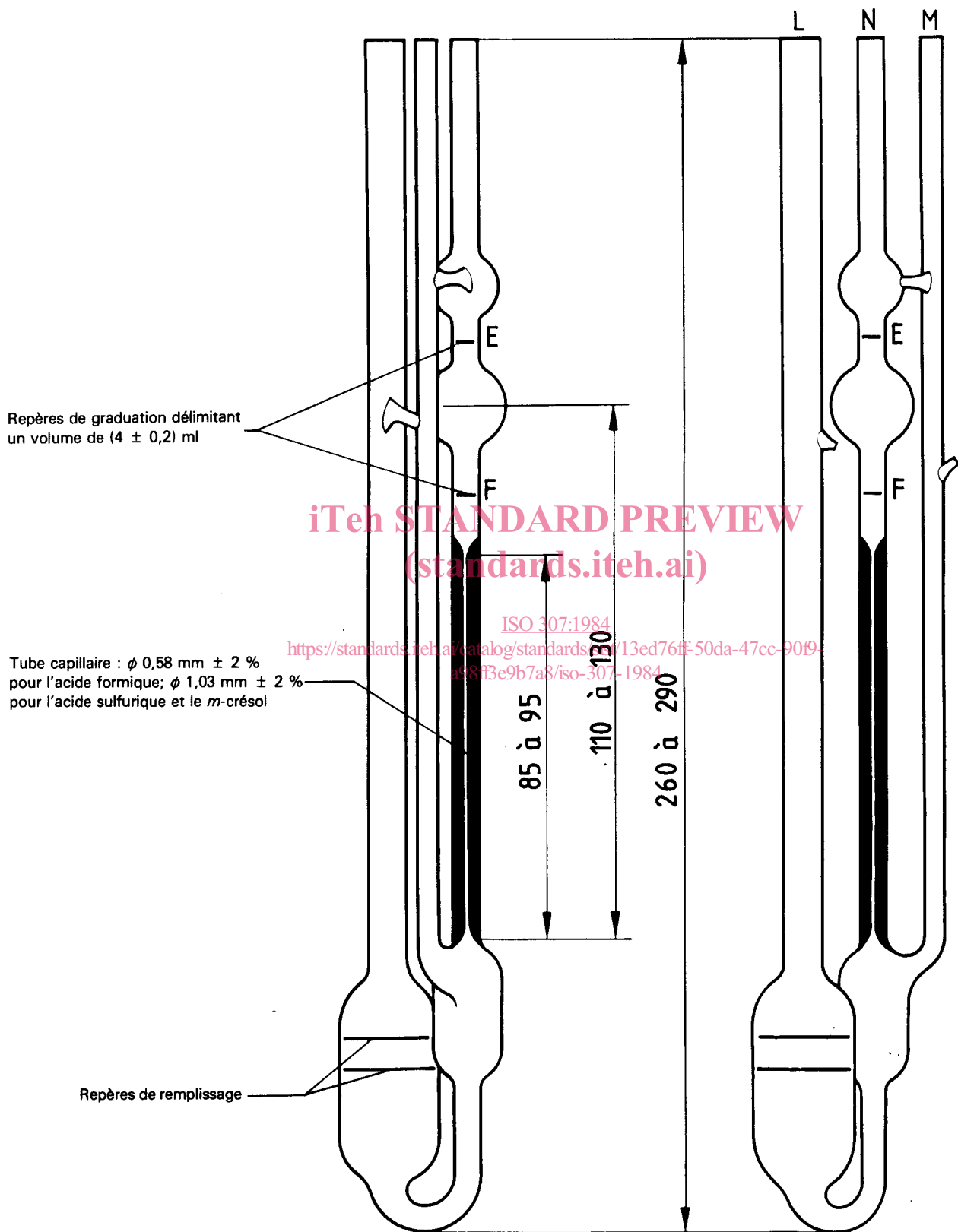
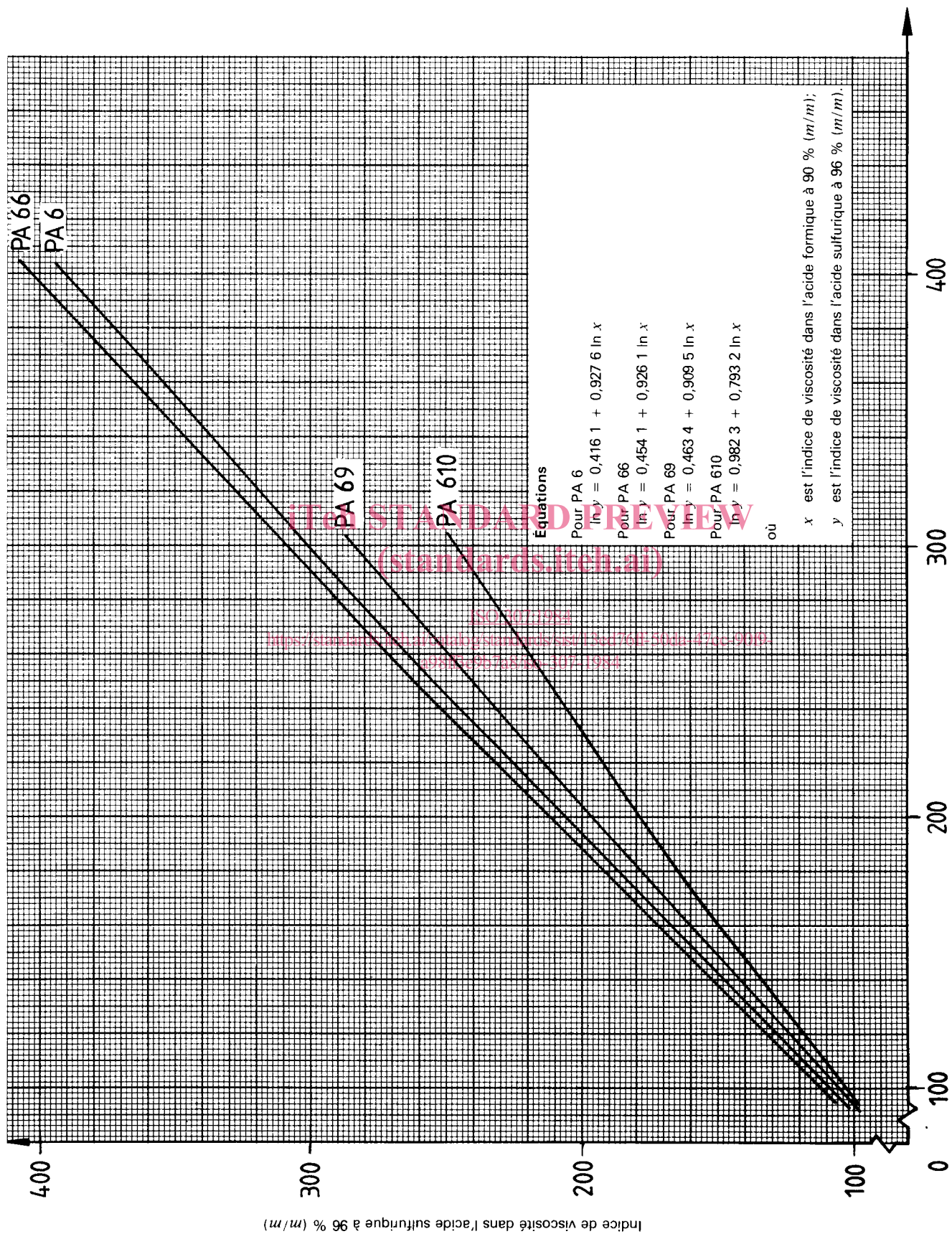


Figure 1 — Viscosimètre Ubbelohde



Equations

Pour PA 6

$$\ln y = 0,416 1 + 0,927 6 \ln x$$

Pour PA 66

$$\ln y = 0,454 1 + 0,926 1 \ln x$$

Pour PA 69

$$\ln y = 0,463 4 + 0,909 5 \ln x$$

Pour PA 610

$$\ln y = 0,982 3 + 0,793 2 \ln x$$

ou

x est l'indice de viscosité dans l'acide formique à 90 % (m/m);

y est l'indice de viscosité dans l'acide sulfurique à 96 % (m/m).

Figure 2 — Courbes d'étalonnage pour l'interconversion des indices de viscosité des PA 6, 66, 69 et 610 dans la solution d'acide formique à 90 % (m/m) et dans la solution d'acide sulfurique à 96 % (m/m)