

NORME
INTERNATIONALE

ISO
307

Troisième édition
1994-09-01

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

iTeh STANDARD PREVIEW
Plastics — Polyamides — Determination of viscosity number
(standards.iteh.ai)

ISO 307:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db4de2f9-82fd-4cdb-bf83-4e15806c3328/iso-307-1994>



Numéro de référence
ISO 307:1994(F)

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 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.

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 307:1984), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1994

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Plastiques — Polyamides — Détermination de l'indice de viscosité

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la 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 11, PA 12 et PA MXD6 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 prescrites.

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 prescrite 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 normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes

indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 472:1988, *Plastiques — Vocabulaire.*

ISO 599:1985, *Plastiques — Homopolymères polyamides — Détermination des matières extractibles par le méthanol bouillant.*

ISO 960:1988, *Plastiques — Polyamides (PA) — Détermination de la teneur en eau.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1628-1:1984, *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.*

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

ISO 3105:—¹⁾, *Viscosimètres à capillaire, en verre, pour viscosité cinématique — Spécifications et modes d'emploi.*

ISO 3451-4:1986, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 4: Polyamides.*

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

ASTM D 789:1986, *Standard test methods for determination of relative viscosity, melting point, and moisture content of polyamide (PA).* [Méthodes d'es-

1) À publier. (Révision de l'ISO 3105:1976)

sai normalisées pour la détermination de la viscosité relative, du point de fusion et du taux d'humidité du polyamide (PA).]

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 1628-1 et la définition suivante s'appliquent.

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

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

où

- η est la viscosité d'une solution de polymère dans un solvant prescrit;
- η_0 est la viscosité du solvant, exprimée dans les mêmes unités que η ;
- ρ_P est la concentration, en grammes par millilitre, du polymère dans la solution.

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

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 % (m/m) \pm 0,15 % (m/m).

Pour la détermination de la concentration de l'acide

sulfurique commercial (95 % à 97 %) et son ajustement à 96,0 %, voir annexe A.

5.1.2 Acide formique, solution à 90 % (m/m) \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 deux semaines. Il ne doit pas contenir plus de 0,2 % 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 % (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 compensée 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 prescriptions 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 prescriptions de l'ISO 3105. Les dimensions principales 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 prescriptions pour la 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 prescriptions pour la 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 prescrit ci-dessus. Toutefois, en cas de désaccord, le viscosimètre Ubbelohde doit être utilisé.

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

6.8 Chronomètre, précis à 0,1 s.

6.9 Centrifugeuse.

7 Préparation des échantillons pour essai

7.1 Généralités

Les échantillons 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 viscosité, ou il doit être possible de séparer quantitativement les additifs de la solution, par exemple les fibres de verre et les fibres de carbone.

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

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

7.2 Échantillons avec des ingrédients extractibles

Le polymère broyé restant après extraction conformément à l'ISO 6427 ou l'ISO 599 doit être séché durant 3 h à 100 °C sous vide et utilisé comme échantillon pour essai.

7.3 Échantillons avec des auxiliaires (non hydrolysables 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 autres additifs insolubles dans l'acide chlorhydrique est déterminée à partir du résidu après hydrolyse, qui fera l'objet d'une Norme internationale ultérieure, et la quantité exacte d'échantillon de polyamide à peser est calculée à l'aide de l'équation donnée en 8.2.

NOTE 1 – L'expérience indique que les modifiants polymères usuels des polyamides, par exemple copolymères éthylène et caoutchouc EP, sont si finement dispersés dans la solution de l'échantillon que la viscosité de celle-ci est pratiquement non affectée, pourvu que la solution soit exempte de particules de gel.

Si des fibres de carbone, détectables dans le résidu après hydrolyse sous microscope optique sont présentes, elles doivent être éliminées de la solution de l'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 par les cendres à cause de formation d'oxyde; des exemples sont les carbonates, métaux en poudre et certains pigments

Le résidu après dissolution dans l'acide formique à 90 % 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 %, comme prescrit en 10.2.

Séparer le résidu par filtration.

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

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; ISO 599	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 (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 % (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; silicatés; retardateurs de flamme inorganiques	Si nécessaire, accroître la masse de la prise d'essai	7.5

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

Le taux de cendres est déterminé conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 3451-4 et la quantité exacte d'échantillon de polyamide à peser est calculée à l'aide de l'équation donnée en 8.2. Si nécessaire, la solution de l'échantillon doit être filtrée à travers un creuset filtrant à plaque en verre fritté avant d'effectuer la détermination.

NOTE 2 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 ainsi n'a 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 % (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 conformément à l'ISO 960;

$w(\%)_2$ est la teneur en matériaux inorganiques (par exemple charges ou fibres de verre) de l'échantillon, expri-

mée en pourcentage en masse, déterminée conformément à l'ISO 3451-4;

$w(\%)_3$ est la teneur en autres matériaux (par exemple autres polymères tels que polyoléfines, ou additifs tels que 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 conformément à 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 3 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.

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

9.2 Pour les PA 6, PA 66, PA 69, PA 610, PA MXD6 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 4 Des graphiques pour l'interconversion des indices de viscosité déterminés dans l'acide sulfurique et dans l'acide formique comme solvant sont représentés à la figure 2. La fidélité de la conversion est discutée en 13.1.

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

NOTE 5 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 durant 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 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 du dispositif (6.4) le contenu jusqu'à dissolution du polymère. Cette opération peut prendre approximativement 0,5 h 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 °C à 100 °C. Si, dans ce dernier cas, la dissolution demande 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 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 6 Dans le cas de polyamides de masse moléculaire relative extrêmement élevée, des solutions exemptes de veinage ne peuvent pas toujours être obtenues, malgré les 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 °C ± 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 du solvant 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 du solvant 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 article 12). Rapporter la moyenne de ces deux valeurs, arrondie au nombre entier le plus proche, comme indice de viscosité de l'échantillon.

11 Expression des résultats

Calculer l'indice de viscosité IV, en millilitres par gramme, à l'aide de l'équation

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

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 7 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 article 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 2.

Tableau 2 — Répétabilité et reproductibilité

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 — Les répétabilités et les reproductibilités ont été déterminées au cours d'un essai interlaboratoire mené en 1982. Sept laboratoires y 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 et interconversion des indices de viscosité déterminés dans l'acide sulfurique à 96 % en viscosités relatives déterminées conformément à l'ASTM D 789

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 tableau 2.

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, PA 66, PA 69 et PA 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 différera, 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

Un graphique relatif à la relation entre les indices de viscosité du PA 612 dans la solution d'acide sulfurique (5.1.1) et dans le *m*-crésol (5.1.3) est représenté 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 %

13.3 Viscosités relatives déterminées conformément à l'ASTM D 789 et indices de viscosité déterminée dans l'acide sulfurique à 96 %

Une table de conversion et un graphique relatifs à la relation entre les viscosités relatives des PA 6 et PA 66 et les indices de viscosité des PA 6 et PA 66

dans la solution d'acide sulfurique (5.1.1) sont donnés dans le tableau 3 et la figure 4, respectivement.

14 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

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

Tableau 3 — Interconversion de la viscosité relative (VR) en indice de viscosité (IV) pour les PA 6 et PA 66 (valeurs tirées de la courbe de la figure 4)

VR (ASTM D 789)	IV (ISO 307) (dans H ₂ SO ₄ à 96 %)	VR (ASTM D 789)	IV (ISO 307) (dans H ₂ SO ₄ à 96 %)
25	83,93	79	187,75
27	90,87	81	190,01
29	97,32	83	192,21
31	103,34	85	194,35
33	108,98	87	196,45
35	114,29	89	198,50
37	119,30	91	200,51
39	124,05	93	202,47
41	128,57	95	204,39
43	132,87	97	206,27
45	136,97	99	208,11
47	140,89	101	209,92
49	144,65	103	211,69
51	148,26	105	213,42
53	151,73	107	215,12
55	155,07	109	216,80
57	158,30	111	218,44
59	161,41	113	220,05
61	164,42	115	221,63
63	167,33	117	223,19
65	170,15	119	224,72
67	172,88	121	226,22
69	175,54	123	227,70
71	178,12	125	229,15
73	180,62	127	230,59
75	183,06	129	232,00
77	185,44	131	233,39

VR (ASTM D 789)	IV (ISO 307) (dans H ₂ SO ₄ à 96 %)	VR (ASTM D 789)	IV (ISO 307) (dans H ₂ SO ₄ à 96 %)
133	234,75	181	262,56
135	236,10	183	263,55
137	237,43	185	264,53
139	238,73	187	265,50
141	240,02	189	266,46
143	241,29	191	267,41
145	242,55	193	268,35
147	243,78	195	269,28
149	245,00	197	270,20
151	246,21	199	271,11
153	247,39	201	272,01
155	248,56	203	272,91
157	249,72	205	273,79
159	250,86	207	274,67
161	251,99	209	275,54
163	253,11	211	276,40
165	254,21	213	277,25
167	255,29	215	278,09
169	256,37	217	278,93
171	257,43	219	279,75
173	258,48	221	280,57
175	259,52	223	281,39
177	260,54	225	282,19
179	261,56		

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 307:1994
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db4de2f9-82fd-4cdb-bf83-4e15806c3328/iso-307-1994>