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

Plastics — Polyamides — Determination of viscosity number

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 307:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26dc365d-54ee-4dff-a5bb-fcf581788d4d/iso-307-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 307:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26dc365d-54ee-4dff-a5bb-fcf581788d4d/iso-307-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	3
5 Réactifs et matériaux	3
5.1 Solvants et réactifs.....	3
5.2 Liquides de nettoyage.....	4
6 Appareillage	4
7 Préparation des échantillons pour essai	6
7.1 Généralités.....	6
7.2 Échantillons contenant moins de 98 % (fraction massique) de polyamide.....	6
8 Calcul de la masse de la prise d'essai	6
9 Choix du solvant	7
10 Mode opératoire	7
10.1 Nettoyage du viscosimètre.....	7
10.2 Préparation de la solution d'essai.....	7
10.2.1 Généralités.....	7
10.2.2 Méthode volumétrique.....	8
10.2.3 Méthode volumétrique en relation exacte avec la teneur en polymère.....	8
10.2.4 Méthode gravimétrique en relation exacte avec la teneur en polymère.....	9
10.3 Mesurage du temps d'écoulement.....	9
11 Expression des résultats	11
12 Répétabilité et reproductibilité	11
13 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	12
14 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Détermination de la concentration de l'acide sulfurique commercial (95 % à 98 %) et ajustement à 96 % par titrage	13
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	16
Annexe C (informative) Détermination de la concentration de l'acide formique commercial et ajustement à 90 % par titrage	19
Annexe D (informative) Détermination de la concentration de l'acide formique commercial à 90 % par mesurage de la masse volumique	21
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	24
Bibliographie	36

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette sixième édition annule et remplace la cinquième édition (ISO 307:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique pour mettre à jour l'Article 9. Elle incorpore également l'Amendement ISO 307:2007/Amd.1:2013.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document 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 retardateurs 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 de 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.

Les échantillons d'essai de polyamide pour la détermination de l'indice de viscosité doivent être complètement solubles dans les solvants mentionnés. Les additifs qu'ils contiennent, notamment les fibres de carbone et de verre, doivent être 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 le présent document. 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 soit exclue.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 307:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26dc365d-54ee-4dff-a5bb-fcf581788d4d/iso-307-2019>

Plastiques — Polyamides — Détermination de l'indice de viscosité

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de l'indice de viscosité de solutions diluées de polyamides dans certains solvants spécifiés.

La méthode est applicable aux polyamides désignés PA 46, PA 6, PA 66, PA 69, PA 610, PA 612, PA 11, PA 12, PA 6T/66, PA 6I/6T, PA 6T/6I/66, PA 6T/6I, PA 6I/6T/66 et PA MXD6, tels que définis dans l'ISO 16396-1, 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 le présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1042, *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 3105, *Viscosimètres à capillaires 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*

ISO 16396-1, *Plastiques — Matériaux polyamides (PA) pour moulage et extrusion — Partie 1: Système de désignation, marquage des produits et base de spécification*

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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 indice de viscosité d'un polymère

<polymère> valeur calculée par la formule suivante pour des temps d'écoulement suffisamment longs pour qu'aucune correction de l'énergie cinétique ne soit nécessaire:

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

où

η est la viscosité d'une solution de polymère dans un solvant spécifié, en Pa/s ou N/m²·s;

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

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

c est la concentration, en g/ml, du polymère dans la solution;

VI est l'indice de viscosité, exprimé en ml/g.

Note 1 à l'article: La formule est applicable aux viscosimètres à niveau suspendu de type Ubbelohde en conformité avec les exigences de l'ISO 3105.

Note 2 à l'article: Pour un viscosimètre particulier utilisé avec 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:

$$\frac{\eta}{\eta_0}$$

ISO 307:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26dc365d-54ee-4dff-a5bb-fc581788d4d/iso-307-2019>

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

Note 3 à l'article: 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 4 à l'article: Le temps d'écoulement d'un liquide est lié à sa viscosité par la formule:

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

où

η est la viscosité d'une solution de polymère dans un solvant spécifié, en Pa/s ou N/m²·s;

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

ρ 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 5 à l'article: Pour un viscosimètre particulier utilisé avec un solvant et une solution ayant des masses volumiques sensiblement égales ainsi qu'un facteur d'énergie cinétique donné, le rapport de viscosité

$$\frac{\eta}{\eta_0}$$

est donné par le rapport des temps d'écoulement de la concentration de la solution dans le présent document, chaque temps d'écoulement réduit à l'aide de la correction de Hagenbach (en secondes) 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 matériaux

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.

DÉCLARATION DE SÉCURITÉ Les personnes utilisant le présent document doivent être familiarisées avec les pratiques de laboratoire. Le présent document ne prétend pas répondre à toutes les préoccupations de sécurité liées à son utilisation. Certains produits chimiques, par exemple le 1,1,2,2-tétrachloroéthane, sont interdits dans certains pays. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière de sécurité et de santé et de veiller au respect de toutes les exigences réglementaires.

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

ISO 307:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26dc365d-54ee-4dff-a5bb-428178cd4c46/iso-307-2019>

5.1.1 Acide sulfurique, solution à 96,00 % ± 0,20 % (fraction massique).

Pour la détermination de la concentration de l'acide sulfurique commercial (95 % à 98 %) et son ajustement à 96,00 %, se référer aux [Annexes A](#) et [B](#).

5.1.2 Acide formique, solution à 90,00 % ± 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 % ± 0,15 %, se référer aux [Annexes A](#) et [B](#).

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. Si la distillation est utilisée, de l'azote doit être utilisé pour compenser la variation de pression afin d'éviter l'oxydation. 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/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).

ISO 307:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26dc365d-54ee-4dff-a5bb-fcf581788d4d/iso-307-2019>

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 μm et 100 μm (classe P 100) ou tamis en acier inoxydable, avec ouvertures d'environ 0,075 mm².

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)

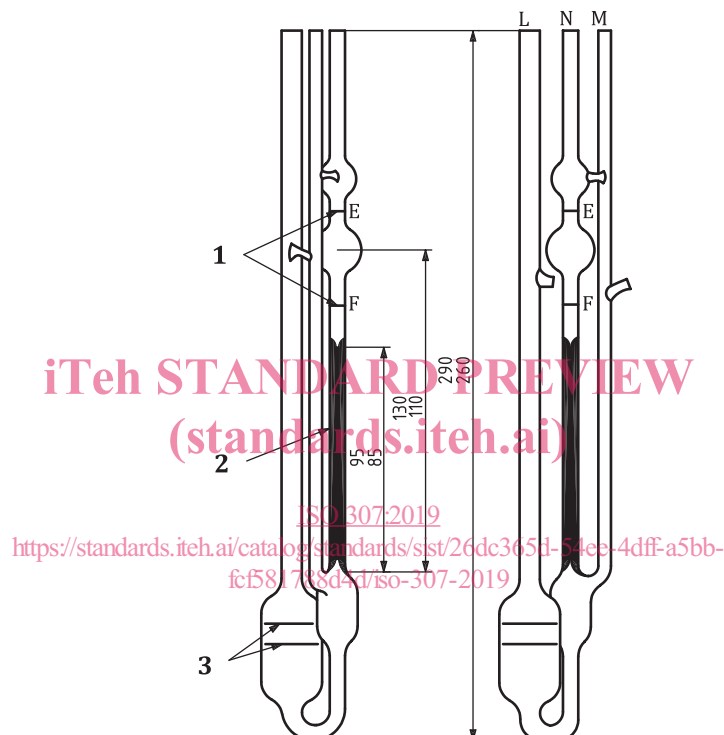
ou le *m*-crésol (5.1.3), le diamètre intérieur du capillaire doit être de $1,03 \text{ mm} \pm 2 \%$ (conforme aux exigences de grandeur N° 2 de l'ISO 3105).

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 d'autres types de viscosimètres.

Dans le présent document, les viscosimètres Ubbelohde N° 1 et 2 selon l'ISO 3105 sont recommandés. Lors de la prochaine révision quinquennale, on s'attend à ce que seuls ces deux viscosimètres soient autorisés.

Dimensions en millimètres



Légende

- 1 repères de graduation délimitant un volume de $4 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$
- 2 tube capillaire de diamètre $0,58 \text{ mm} \pm 2 \%$ pour l'acide formique; $1,03 \text{ mm} \pm 2 \%$ pour l'acide sulfurique et le *m*-crésol
- 3 repères de remplissage

Figure 1 — Viscosimètre Ubbelohde

6.9 Thermomètre, un thermomètre à tube de verre à «immersion totale», exact à $0,05 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $25,00 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,05 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.11 Dispositif de mesure du temps, par exemple un chronomètre, exact à $0,1 \text{ s}$.

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 renfort ou charges.

L'échantillon doit contenir moins de 0,28 % d'humidité. S'il contient plus de 0,28 % d'humidité, l'échantillon doit être séché. Généralement, un séchage sous vide à 70 °C pendant 4 h à 6 h est adéquat.

NOTE 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 la [Formule \(1\)](#).

Certains additifs, tels que 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 volatilisables. 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 la [Formule \(1\)](#):

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

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 polyoléfinés, 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 les 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 le 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 les PA 6T/66, PA 6I/66, PA 6I/6T, PA 6T/6I/66, PA 6T/6I, PA 6I/6T/66, du *m*-crésol, du phénol/1,1,2,2-tétrachloroéthane ou de l'acide sulfurique 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 du présent document, il est prévu que, pour un PA donné, un seul solvant soit 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26dc365d-54ee-4dff-a5bb-fc581788d4d/iso-307-2019>

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 d'une utilisation régulière. 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.

10.2 Préparation de la solution d'essai

10.2.1 Généralités

Trois méthodes différentes pour préparer la solution d'essai sont décrites dans le présent document. La première méthode volumétrique (voir 10.2.2), sans correction pour le volume d'additifs insolubles dans