
Norme internationale



6188

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

Plastiques — Poly(éthylène téréphtalate) en granules — Détermination de la teneur en eau

Plastics — Poly(ethylene terephthalate) granules — Determination of water content

Première édition — 1980-03-15

CDU 678.742.2'524 : 543.812

Réf. n° : ISO 6188-1980 (F)

Descripteurs : matière plastique, polyéthylène téréphtalate, matière granuleuse, analyse chimique, dosage, eau, instrument de mesurage.

Prix basé sur 3 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 6188 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Pologne
Allemagne, R.F.	France	Roumanie
Australie	Grèce	Suède
Autriche	Hongrie	Suisse
Belgique	Inde	Tchécoslovaquie
Brésil	Irlande	Turquie
Bulgarie	Israël	URSS
Canada	Italie	USA
Chine	Japon	
Corée, Rép. de	Pays-Bas	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Nouvelle-Zélande
Royaume-Uni

Plastiques — Poly(éthylène téréphtalate) en granules — Détermination de la teneur en eau

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en eau du poly(éthylène téréphtalate) en granules. Elle est applicable à la détermination de teneurs en eau allant de 0,002 à 0,05 % (*m/m*).

La teneur en eau est importante vis-à-vis de la transformation du matériau pendant laquelle la teneur en eau devra être inférieure à quelques centièmes de pour cent afin d'éviter la dégradation.

La méthode n'est pas applicable à des échantillons de poly(éthylène téréphtalate) contenant des composés volatils, autres que l'eau, en quantités contribuant sensiblement à la pression de vapeur à la température du laboratoire. L'erreur introduite par la petite quantité d'acétaldéhyde présente en général dans les granules séchés de poly(éthylène téréphtalate) est considérée comme acceptable. Des contrôles sur la présence de quantités plus grandes de composés volatils doivent être effectués périodiquement, par exemple par chromatographie en phase gazeuse. De tels contrôles sont nécessaires, en particulier dans le cas de nouveaux types ou de nouvelles qualités de matériau.

2 Principe

Chauffage d'une prise d'essai à 200 ± 5 °C en espace clos sous vide poussé, assurant ainsi l'évaporation complète de l'eau. Mesurage de l'augmentation de pression qui en résulte, à laquelle la teneur en eau est proportionnelle, et calcul de la teneur en eau par référence à une courbe d'étalonnage établie en utilisant un sel hydraté à teneur connue en eau, tel que le molybdate de sodium dihydraté, qui perd entièrement son eau dans les conditions de l'essai.

3 Réactif

3.1 Molybdate de sodium dihydraté ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), de qualité analytique.

NOTE — D'autres sels hydratés qui perdent leur eau de cristallisation dans les conditions de l'essai peuvent également être utilisés.

4 Appareillage

4.1 Appareil de mesure

L'appareil de mesure, représenté schématiquement à la figure, est un système entièrement en verre avec raccordements étanches au vide, de préférence sous forme de raccords sphériques.

Les ballons A et B doivent avoir des volumes respectifs de $0,5 \pm 0,05$ litre et d'au moins 1 litre.

Les ballons doivent être reliés à un tube C qui est lui-même relié, à l'une de ses extrémités, à une jauge D pour le mesurage de vides poussés et, à l'autre extrémité, à un adaptateur à robinet d'arrêt E pour la fixation du tube à échantillon. Le tube C doit comporter un raccord à robinet d'arrêt F qui le relie à une pompe à vide, et doit être muni d'un robinet d'arrêt G servant à isoler les deux ballons. Des deux côtés du robinet G, le tube doit être relié, par l'intermédiaire de barboteurs H et de valves d'arrêt K, à un manomètre L en U à huile dont les branches doivent avoir une longueur d'au moins 350 mm. Le tube à échantillon M doit être en verre résistant à la chaleur et avoir un volume, au-dessous du robinet d'arrêt E, d'environ 50 ml. Dans une même série de tubes à échantillons, la différence entre les volumes ne doit pas dépasser 5 ml.

4.2 Étuve électrique ou bain d'huile

Une étuve électrique ou un bain d'huile doit être utilisé(e) pour chauffer le tube à échantillon à 200 ± 5 °C. L'appareillage doit, de préférence, être disposé de manière à permettre facilement la mise en place et l'enlèvement du système de chauffage.

5 Échantillonnage

Remplir rapidement un récipient sec avec un échantillon représentatif du matériau à essayer et fermer immédiatement pour réduire au minimum la reprise d'humidité atmosphérique.

6 Mode opératoire

6.1 Contrôle d'étanchéité

Contrôler l'étanchéité de l'appareil de la façon suivante.

Fixer un tube à échantillon, vide et sec, qui n'a d'ailleurs pas besoin d'être chauffé pendant le contrôle, à l'appareil. Tourner le robinet E pour relier le tube à échantillon au tube C, et tourner le robinet G pour relier les ballons A et B.

Amener la pression dans le système à moins de 70 Pa¹⁾ et fermer les robinets F et G.

Après 1 h, vérifier que la pression soit encore inférieure à 70 Pa et que la différence de pression indiquée par le manomètre soit inférieure à 2 mm d'huile. Si ces exigences ne sont pas satisfaites, rechercher les fuites et recommencer l'essai.

Effectuer les contrôles aussi souvent que nécessaire pour assurer l'étanchéité à l'air au cours des déterminations.

NOTE — Lorsque l'huile du manomètre est remplacée, une mise de l'appareillage au vide durant quelques heures peut être nécessaire pour la désaération de la nouvelle huile.

6.2 Détermination

6.2.1 Introduire rapidement un volume de l'échantillon pour essai correspondant à une masse de 12 à 18 g dans un tube à échantillon, sec, et fixer le tube à l'appareil.

NOTE — Au départ, la prise d'essai est mesurée par son volume. La pesée est effectuée après le chauffage pour réduire au minimum les erreurs dues à une reprise d'humidité atmosphérique.

Tourner le robinet E pour relier le tube à échantillon au tube C, et tourner le robinet G pour relier les ballons A et B.

Amener la pression dans le système à moins de 70 Pa et fermer les robinets F et G.

Mettre en position l'étuve électrique ou le bain d'huile, préalablement chauffé(e) à 200 ± 5 °C, autour du tube à échantillon, et maintenir le tube à cette température durant 50 min.

NOTE — Dans le cas d'échantillons inconnus, des taux d'humidité élevés ne sont pas exclus. Par conséquent, surveiller constamment le manomètre durant les premières 10 min de l'essai, et, si la pression devient trop haute, ouvrir le robinet G et recommencer l'essai sur une prise d'essai plus faible.

Après 50 min, lire, à 1 mm près, la différence de pression indiquée par le manomètre à huile.

Arrêter le chauffage du tube à échantillon, ouvrir le robinet G et supprimer le vide dans le tube à échantillon en tournant le robinet E.

Laisser refroidir le tube à échantillon et peser son contenu à 0,01 g près.

6.2.2 Effectuer deux déterminations sur chaque échantillon. Si les résultats diffèrent de plus de 0,005 % (*m/m*), contrôler l'étanchéité selon 6.1, effectuer à nouveau deux déterminations et noter tous les quatre résultats.

6.3 Étalonnage

Peser au moins cinq prises d'essai de molybdate de sodium dihydraté allant de 10 à 70 mg et les introduire dans de petits tubes à essais, secs.

Appliquer, à chaque quantité de molybdate de sodium dihydraté, le mode opératoire spécifié en 6.2.1. La durée de la période de chauffage peut être réduite de 50 à 15 min.

Calculer, par la méthode des moindres carrés, le facteur d'étalonnage *f*, correspondant à la masse, en milligrammes, d'eau nécessaire pour produire une différence de pression indiquée de 100 mm d'huile.

NOTES

1 En cas d'utilisation d'un nouveau lot de molybdate de sodium dihydraté, déterminer la teneur en eau par pesée, séchage durant 1 h à 190 °C et nouvelle pesée.

2 L'eau en tant que telle ne peut pas être utilisée pour l'étalonnage car les quantités requises sont trop faibles pour être pesées avec une justesse suffisante.

7 Expression des résultats

La teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{0,001 \times \Delta p \times f}{m}$$

où

Δp est la différence de pression, en millimètres d'huile, indiquée par le manomètre;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

f est le facteur d'étalonnage, déterminé de la manière indiquée en 6.3.

8 Procès-verbal d'essai

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

- la référence de la présente Norme internationale;
- l'identification complète de l'échantillon;
- les résultats individuels et la valeur moyenne, à 0,001 % (*m/m*) près, d'une détermination en double.

1) 70 Pa = 0,7 mbar ≈ 0,5 mmHg