

Norme internationale



6188

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

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

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

Deuxième édition — 1986-08-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6188:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a0815c3-7847-4205-9547-b439897be6c5/iso-6188-1986>

CDU 678.742.2'524-492.3 : 543.812

Réf. n° : ISO 6188-1986 (F)

Descripteurs : plastique, polyalkylène téréphtalate, matière granuleuse, analyse chimique, dosage, eau, matériel d'essai.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW

La Norme internationale ISO 6188 a été élaborée par le comité technique ISO/TC.61, *Plastiques*.
(standards.iTeh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6188-1980), dont elle constitue une révision mineure.
ISO 6188-1986
<https://standards.iTeh.ai/catalog/standards/sist/5a0815c3-7847-4205-9547-b439897bec5/iso-6188-1986>

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Plastiques — Poly(alkylène 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) et du poly(butylène 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) et poly(butylène 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 séchées 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 dans un 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. Calcul de la teneur en eau par référence à un facteur de calibrage calculé en utilisant un hydrate à teneur connue en eau, tel que le molybdate de sodium dihydraté, qui perd son eau dans les conditions de l'essai.

3 Réactif

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

NOTE — D'autres hydrates qui perdent leur eau de cristallisation dans les conditions de l'essai, tels que le chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), peuvent également être utilisés.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Appareil de mesure

L'appareil de mesure représenté schématiquement à la figure est recommandé. Il consiste en un système entièrement en verre avec des raccords étanches au vide, de préférence en forme de joints sphériques.

Les ballons (A) et (B) ont des volumes de $0,5 \pm 0,05$ litre et au moins 1 litre respectivement.

Les ballons sont raccordés 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) comporte un raccord à robinet d'arrêt (F) qui le relie à une pompe à vide, et est équipé d'un robinet d'arrêt (G) servant à isoler les deux ballons. Des deux côtés du robinet (G), le tube est relié, par l'intermédiaire de barboteurs (H) et de valves d'arrêt (K), à un tube manométrique à huile (L), en forme de U, dont les branches ont une longueur d'au moins 350 mm. Le tube à échantillon (M) doit être en verre résistant à la chaleur. Dans une même série de tubes à échantillons, la différence entre les volumes ne doit pas dépasser 5 ml.

NOTES

- 1 L'utilisation d'un appareil de conception différente est autorisée, à condition que les exigences de répétabilité mentionnées en 6.2.2 soient respectées.
- 2 L'huile de silicone convient pour remplir le manomètre.

4.2 Dispositif de chauffage

Un four électrique ou tout autre dispositif convenable peut être utilisé pour chauffer le tube à échantillon à 200 ± 5 °C. Le montage de l'équipement doit être de préférence tel qu'il permette une installation et un démontage faciles du dispositif de chauffage.

5 Échantillonnage

Remplir rapidement un récipient sec avec un échantillon représentatif de la matière à soumettre à l'essai et le fermer immédiatement pour réduire au minimum la reprise d'humidité atmosphérique.

NOTE — Il est souhaitable de présécher le récipient dans une étuve et de le laisser refroidir en présence d'un absorbant d'eau convenable, par exemple du gel de silice bleu.

6 Mode opératoire

6.1 Vérification de l'étanchéité

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

Fixer à l'appareil un tube à échantillon sec et vide, qui n'aura pas besoin d'être chauffé durant la vérification. Tourner le robinet d'arrêt (E) pour relier le tube à échantillon (M), tourner le robinet d'arrêt (F) pour relier le tube (C) et tourner le robinet d'arrêt (G) pour relier les ballons (A) et (B).

Faire le vide dans le système jusqu'à une pression inférieure à 100 Pa* et fermer les robinets d'arrêt (F) et (G). Après 1 h, vérifier que la pression est encore inférieure à 100 Pa et que la différence de pression indiquée par le manomètre est inférieure à 2 mm d'huile. Si ces exigences ne sont pas tenues, chercher les fuites et répéter l'essai.

Faire des vérifications aussi fréquentes que nécessaire pour s'assurer de l'étanchéité durant les déterminations.

NOTE — Quand on remplace l'huile du manomètre, il peut être nécessaire de faire le vide de l'appareil pendant quelques heures pour dégazer la nouvelle huile.

* 100 Pa = 1 mbar \approx 0,7 mmHg

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. (Voir note 1.)

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

Amener la pression dans le système à moins de 100 Pa et fermer les robinets d'arrêt (F) et (G). (Voir note 2.)

Mettre en position le dispositif de chauffage, préalablement chauffé à 200 ± 5 °C, autour du tube à échantillon, et maintenir le tube à cette température pendant 50 min, ou jusqu'à ce que la différence de pression indiquée par le manomètre à huile reste constante à 1 mm près pendant 5 min. (Voir note 3.)

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

Couper le chauffage du tube à échantillon, ouvrir le robinet d'arrêt (G) et cesser le vide dans le tube à échantillon en tournant le robinet d'arrêt (E).

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

NOTES

1 Au départ, la prise d'essai est mesurée par son volume pour réduire au minimum la reprise d'humidité atmosphérique. La pesée est effectuée après le chauffage.

2 Lorsque l'on soumet à l'essai des matériaux en poudre, ouvrir le robinet d'arrêt pour mise sous vide lente. Il est recommandé de couvrir la prise d'essai dans le tube par une fine couche de laine de verre. Présécher la laine de verre en étuve, la refroidir et la maintenir en présence d'un absorbant d'eau convenable, par exemple du gel de silice bleu.

3 Pour des échantillons inconnus, de forts taux d'humidité ne peuvent pas être exclus. Dans ce cas, le manomètre devrait être fréquemment observé dans les premiers instants de la détermination. Si la pression devient trop élevée, ouvrir le robinet d'arrêt (G) et reprendre l'essai avec une prise d'essai plus faible.

6.2.2 Effectuer deux déterminations sur chaque échantillon. Si les résultats diffèrent de plus de 0,005 % (m/m), chercher les fuites (voir 6.1) et recommencer deux autres déterminations.

6.3 Calibrage

6.3.1 Peser au moins cinq prises d'essai de 30 à 40 mg de molybdate de sodium dihydraté (chapitre 3) et les introduire

dans des tubes à échantillons propres et secs. Effectuer les opérations indiquées en 6.2.1 avec chaque prise d'essai de molybdate de sodium dihydraté. La durée de la période de chauffage peut être réduite de 50 à 15 min.

6.3.2 Calculer le facteur de calibrage f — correspondant à la masse, en grammes, d'eau nécessaire pour produire une différence de pression de 1 mm d'huile — à l'aide de la formule

$$f = \frac{m w}{\Delta p}$$

où

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

w est la teneur en eau, en grammes par gramme, du molybdate de sodium dihydraté;

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

Si un hydrate autre que le molybdate de sodium dihydraté est utilisé pour le calibrage, adapter la masse des prises d'essai et la valeur de w en conséquence.

Calculer le facteur f en tant que la moyenne des valeurs obtenues pour les différentes prises d'essai. Dans ce calcul, négliger les résultats qui s'écartent de plus de 5 % de la moyenne des autres résultats.

NOTES

1 Quand un nouveau lot de molybdate de sodium dihydraté est utilisé, déterminer la teneur en eau par pesée, après séchage de 1 h à 200 °C et nouvelle pesée.

2 Ne pas utiliser l'eau, en tant que telle, pour le calibrage car les quantités requises sont trop faibles pour pouvoir être pesées avec une précision suffisante.

7 Expression des résultats

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

$$\frac{f \Delta p}{m} \times 100$$

où

f est le facteur de calibrage déterminé comme indiqué en 6.3;

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 de poly(alkylène téréphtalate).

8 Procès-verbal d'essai

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

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon pour essai;
- résultats individuels et valeur moyenne, à 0,001 % (m/m) près, des deux déterminations.

ISO 6188:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a0815-3-7817-4205-9547-1439897bc6c5/iso-6188-1986>

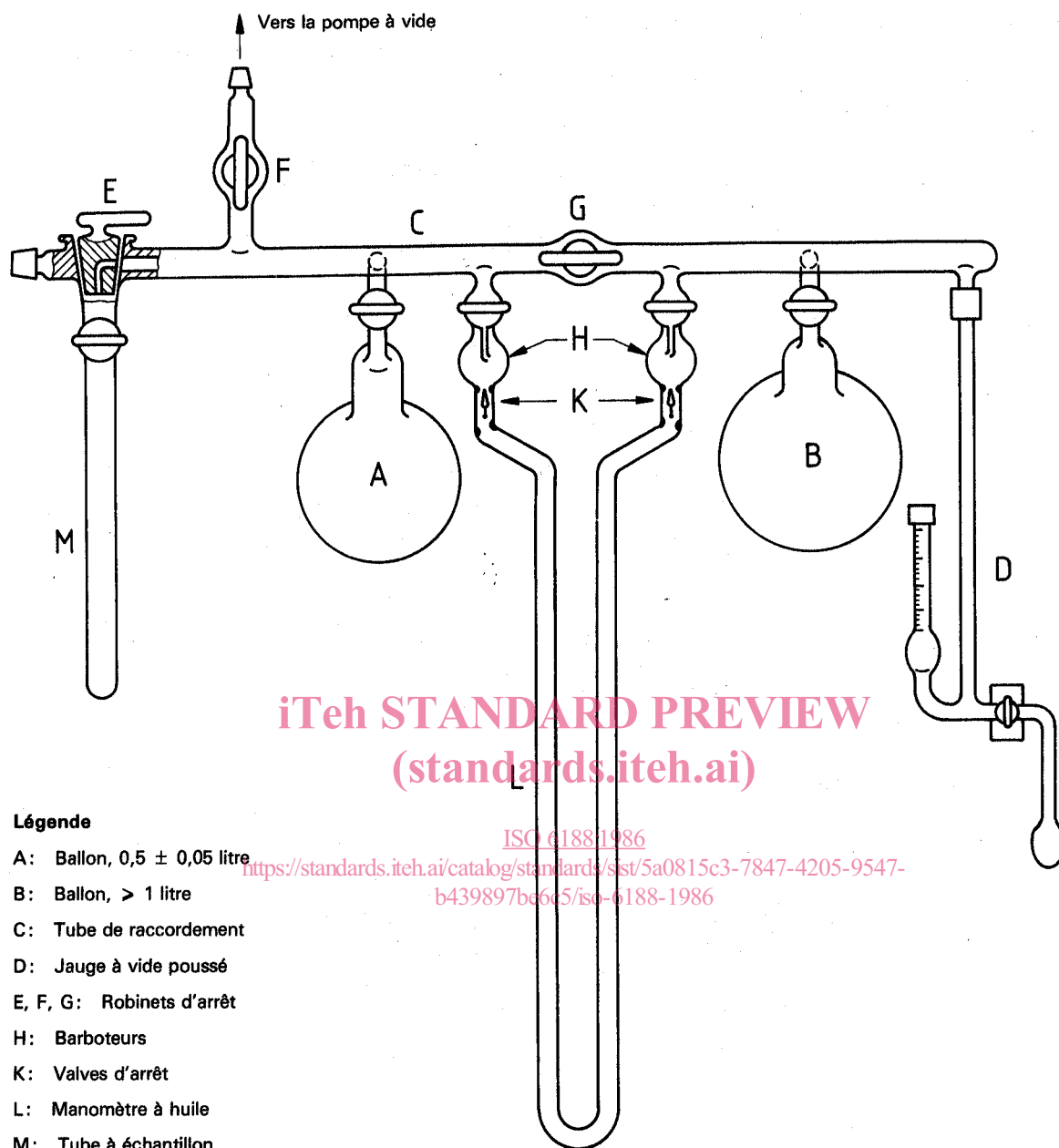


Figure — Appareil pour la détermination de la teneur en eau