

NORME INTERNATIONALE

**ISO
8962**

Première édition
1987-11-01



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

Plastiques — Dispersions de polymères — Détermination de la masse volumique

Plastics — Polymer dispersions — Determination of density

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 normalement 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.

La Norme internationale ISO 8962 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

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 — Dispersions de polymères — Détermination de la masse volumique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination de la masse volumique des dispersions de polymères (aqueuses et non aqueuses) :

- Méthode I : Méthode au pycnomètre pour mesures de haute précision à tous les niveaux de viscosité des dispersions de polymères
- Méthode II : Méthode à l'aréomètre pour les dispersions de polymères de niveau de viscosité bas à moyen (approximativement $< 0,5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$)

NOTES

1 La présence de mousse dans la dispersion a une influence prononcée sur les résultats. Les seules dispersions qui peuvent être considérées comme exemptes, dans la plupart des cas, de micromousses ont une très basse viscosité. Beaucoup de dispersions de viscosité moyenne ou élevée contiennent une mousse finement divisée qu'il est extrêmement difficile d'éliminer. Dans un cas de cette nature, on peut s'attendre à une grande marge d'erreur.

2 Une dilution des dispersions de polymères de niveau de viscosité très élevé donne un changement approximativement linéaire de la masse volumique dans les limites de précision de cette méthode (à trois décimales).

2 Références

ISO 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO 2811, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique.*

3 Définition

masse volumique : Quotient de la masse par le volume.

4 Méthode I : Méthode au pycnomètre pour mesures de haute précision à tous les niveaux de viscosité des dispersions de polymères

NOTE — La méthode décrite est fondée sur l'ISO 2811.

4.1 Produits

- 4.1.1 **Acide chromique**, solution de nettoyage.
- 4.1.2 **Eau distillée**, ou **eau de pureté équivalente**.
- 4.1.3 **Solvant**, ne laissant aucun résidu après évaporation.

4.2 Appareillage

4.2.1 **Pycnomètres**, d'une capacité de 20 à 100 ml. Des pycnomètres en verre sont représentés aux figures 1 et 2; un pycnomètre en métal est représenté à la figure 3.

4.2.2 **Thermomètre**, gradué en $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ et précis à $0,2 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.2.3 **Bain d'eau ou salle à température constante**, pouvant être maintenu(e) à la température d'essai à $0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ près (en général $23 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$) lorsqu'une grande précision est nécessaire, ou à $2 \text{ }^\circ\text{C}$ près pour des contrôles de production.

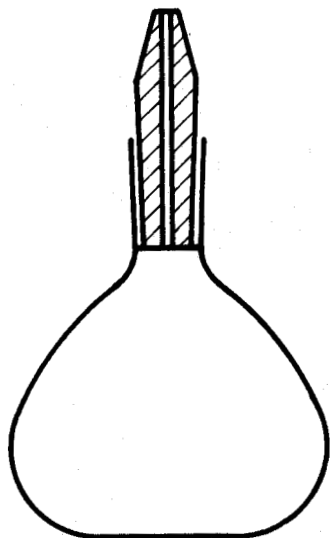


Figure 1 — Pycnomètre de Gay-Lussac

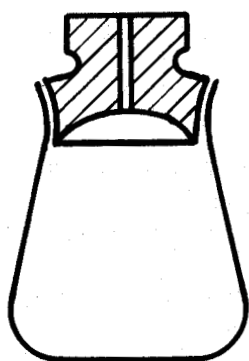


Figure 2 — Pycnomètre de Hubbard

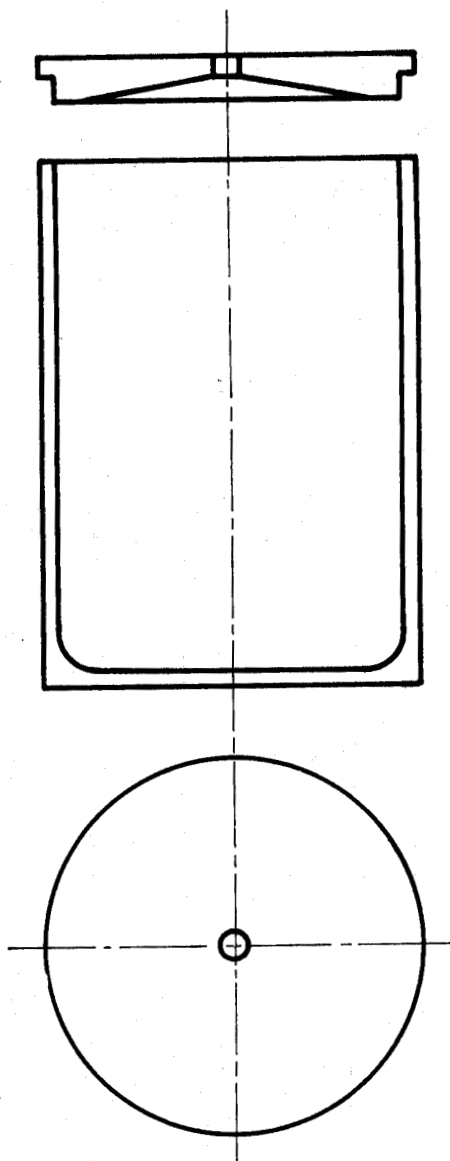


Figure 3 — Pycnomètre en métal

4.2.4 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

4.3 Température d'essai

Sauf spécification particulière ou accord entre les parties intéressées, le mesurage doit être effectué à 23 °C (voir ISO 291) avec la tolérance prévue dans la méthode utilisée.

NOTE — Certains pays spécifient une température d'essai de 20 °C pour le mesurage de la masse volumique.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Étalonnage du pycnomètre

4.4.1.1 Il est essentiel que le pycnomètre soit étalonné et que la masse volumique du produit soit mesurée à la même température.

Nettoyer un pycnomètre en verre (4.2.1), en utilisant tour à tour la solution d'acide chromique (4.1.1) et l'eau distillée (4.1.2) et/ou le solvant (4.1.3). Sécher complètement le pycnomètre. Nettoyer un pycnomètre en métal, en utilisant le solvant et le sécher. Laisser le pycnomètre atteindre la température ambiante et le peser (m_0). Si une précision maximale est nécessaire, le nettoyage, le séchage et la pesée du pycnomètre doivent être poursuivis jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives ne dépasse pas 0,5 mg.

4.4.1.2 Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée à une température inférieure d'au maximum 1 °C à la température d'essai (voir 4.3). Boucher ou coiffer le pycnomètre en laissant l'orifice de trop-plein ouvert. Tous les soins doivent être pris pour éviter la formation de bulles dans le pycnomètre.

Placer le pycnomètre dans le bain d'eau ou le placer dans la salle à température constante (4.2.3) et l'y laisser séjourner jusqu'à ce que la température de la fiole et de son contenu soit constante dans la tolérance spécifiée en 4.2.3. Retirer le trop-plein en essuyant avec un produit absorbant (voir note 1) et sécher complètement l'extérieur du pycnomètre en l'essuyant avec un produit absorbant. Ne plus retirer alors le trop-plein (voir note 2). Peser immédiatement (voir note 3) l'appareil rempli à 0,001 % près (m_1).

NOTES

- 1 Un papier mince absorbant est recommandé pour cela.
- 2 La manipulation du pycnomètre avec des mains nues peut augmenter la température et causer encore un écoulement par l'orifice de trop-plein; elle peut également laisser des traces de doigts; il est donc recommandé de manipuler uniquement avec des pinces ou des mains protégées par des produits absorbants propres et secs.
- 3 La pesée immédiate et rapide du pycnomètre rempli est recommandée de façon à diminuer les pertes de masse dues à l'évaporation de l'eau par les orifices et par le trop-plein après le premier essuyage, après avoir atteint la température, lorsque ce trop-plein ne se trouve pas dans une enceinte protégée.

4.4.1.3 Calculer le volume, V , en centimètres cubes, du pycnomètre à l'aide de l'équation

$$V = \frac{m_1 - m_0}{\rho}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du pycnomètre vide;

m_1 est la masse, en grammes, du pycnomètre et de l'eau;

ρ est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de l'eau à 23 °C ou à une autre température ayant fait l'objet d'un accord (voir le tableau).

Tableau — Masse volumique de l'eau à diverses températures

Température °C	Masse volumique g/cm ³
15	0,999 1
16	0,998 9
17	0,998 7
18	0,998 6
19	0,998 4
20	0,998 2
21	0,998 0
22	0,997 8
23	0,997 5
24	0,997 3
25	0,997 0
26	0,996 8
27	0,996 5
28	0,996 2
29	0,996 0
30	0,995 7

4.4.2 Détermination de la masse volumique du produit

Recommencer le mode opératoire décrit en 4.4.1.1 et 4.4.1.2, en utilisant le produit à la place de l'eau distillée. Retirer tout résidu à l'extérieur du pycnomètre en l'essuyant avec un produit absorbant mouillé avec le solvant (4.1.3) et bien le sécher en l'essuyant avec un produit absorbant propre. Soit m_2 la masse du pycnomètre rempli avec le produit.

NOTES

- 1 Lorsqu'on utilise des pycnomètres en verre avec des produits pigmentés, il peut y avoir des difficultés à enlever le pigment résiduel, surtout sur des surfaces en verre dépoli. De tels résidus peuvent être enlevés par vibrations d'ultrasons dans un bain d'eau ou de solvant.
- 2 Pour diminuer les erreurs, les joints doivent être bien calés. Pour des déterminations précises, il est préférable d'utiliser des pycnomètres en verre. Les pycnomètres en métal sont généralement utilisés pour les déterminations de la masse volumique requises pour des contrôles de production.
- 3 La méthode décrite dans la présente Norme internationale ne convient pas si l'échantillon retient des bulles d'air qui ne se dispersent pas facilement au repos.

4.5 Expression des résultats

Calculer la masse volumique du produit, ρ_t , en grammes par centimètre cube¹⁾, à la température d'essai, t , à l'aide de l'équation

$$\rho_t = \frac{m_2 - m_0}{V}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du pycnomètre vide;

m_2 est la masse, en grammes, du pycnomètre et du produit;

V est le volume, en centimètres cubes, du pycnomètre à la température d'essai, déterminé selon 4.4.1.3.

Exprimer le résultat avec trois décimales.

Des détails concernant la précision de la méthode I sont donnés dans l'annexe à titre d'information.

5 Méthode II : Méthode à l'aréomètre pour les dispersions de polymères de niveau de viscosité bas à moyen (approximativement < 0,5 Pa·s)

5.1 Produits

Voir 4.1.

5.2 Appareillage

5.2.1 Aréomètres à masse volumique, de graduation convenable dépendant des limites de masse volumique à mesurer.

5.2.2 Éprouvette graduée, de 250 ml de capacité, dont le diamètre intérieur doit être supérieur d'au moins 25 mm au diamètre maximal de l'aréomètre et dont la hauteur doit être supérieure de 25 mm à la distance entre l'extrémité inférieure de l'aréomètre immergé et le fond de l'éprouvette graduée.

5.2.3 Thermomètre, gradué en 0,1 °C, dont l'étendue de mesurage va de 20 à 45 °C.

5.2.4 Bain thermorégularisé, suffisamment profond pour contenir l'éprouvette graduée (5.2.2), ou **salle à température constante**, permettant de maintenir la température de l'échantillon à $23 \pm 0,5$ °C (ou à 2 °C près pour des contrôles de production) (ou à une autre température ayant fait l'objet d'un accord, avec la même tolérance). Voir 4.3.

5.3 Température d'essai

Voir 4.3.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Verser avec précaution la dispersion de polymère à essayer dans l'éprouvette graduée (5.2.2) propre et sèche, de façon à éviter la formation de bulles gazeuses. Placer l'éprouvette dans le bain thermorégularisé ou dans la salle à température constante (5.2.4), en agitant de temps en temps, jusqu'à ce que la température de l'échantillon soit de $23 \pm 0,5$ °C (ou une autre température ayant fait l'objet d'un accord, avec la même tolérance).

NOTE — Afin d'accélérer l'obtention de l'équilibre de température, il peut être utile de porter préalablement l'appareillage et l'échantillon au voisinage de la température d'essai.

5.4.2 Plonger avec précaution l'aréomètre (5.2.1) au sein de la prise d'essai; après équilibre, le faire descendre de deux divisions dans le liquide, puis le laisser remonter. Attendre un temps suffisant pour que l'aréomètre soit complètement au repos sans toucher la paroi intérieure de l'éprouvette graduée. Vérifier avant mesurage que la température de l'échantillon est de $23 \pm 0,5$ °C (ou une autre température ayant fait l'objet d'un accord, avec la même tolérance).

5.4.3 Effectuer la lecture à la hauteur de l'échelle de l'aréomètre à l'intersection avec la surface de la dispersion de polymère non transparente. Pour repérer cette hauteur, se placer de manière que l'œil se trouve légèrement en dessous du niveau du liquide, puis se relever lentement pour que la surface que l'on voit apparaître forme une droite coupant l'échelle de l'aréomètre.

5.5 Expression des résultats

Noter la masse volumique lue, en grammes par centimètre cube, avec deux décimales et estimer la troisième.

6 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète du produit essayé;
- c) référence à la méthode utilisée (méthode I ou méthode II);
- d) température d'essai;
- e) valeurs individuelles et valeur moyenne des masses volumiques obtenues;
- f) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

1) L'unité SI est le kilogramme par mètre cube, mais le gramme par centimètre cube est un sous-multiple autorisé utilisé en pratique.

Annexe

Précision de la méthode I

(Cette annexe ne fait pas partie intégrante de la norme.)

Avec un contrôle et un mesurage précis de la température, c'est-à-dire à $\pm 0,5$ °C, il est possible d'atteindre les limites suivantes :

A.1 Répétabilité

La différence entre les résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur dans un délai court avec le même appareillage, dans des conditions opératoires constantes, sur un produit identique, ne devrait pas dépasser $0,000\ 6\ \text{g/cm}^3$, au niveau de confiance 95 %.

A.2 Reproductibilité

La différence entre les résultats individuels et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans différents laboratoires sur un produit identique, ne devrait pas dépasser $0,001\ 2\ \text{g/cm}^3$, au niveau de confiance 95 %.

NOTE — Dans le cas de certains produits liquides, surtout ceux présentant une viscosité de structure ou une thixotropie, les limites de précision indiquées ci-dessus ne peuvent être atteintes.