
Norme internationale



9113

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

Plastiques — Thermoplastiques à base de polypropylène (PP) et de copolymères de propylène — Détermination de l'indice d'isotacticité

Plastics — Polypropylene (PP) and propylene-copolymer thermoplastics — Determination of isotactic index

Première édition — 1986-10-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9113:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/308dcd89-4b7b-477c-b695-26ad7f8d31ec/iso-9113-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/308dcd89-4b7b-477c-b695-26ad7f8d31ec/iso-9113-1986>

CDU 678.742.3.03

Réf. n° : ISO 9113-1986 (F)

Descripteurs : plastique, résine thermoplastique, polypropylène, essai, désignation.

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.

La Norme internationale ISO 9113 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

ISO 9113:1986

Elle annule et remplace l'annexe à la Norme internationale ISO 1873/1-1980, dont elle constitue une révision mineure.

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 — Thermoplastiques à base de polypropylène (PP) et de copolymères de propylène — Détermination de l'indice d'isotacticité

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du pourcentage de matières qui peuvent être extraites des plastiques propyléniques cristallins par le *n*-heptane bouillant dans les conditions d'essai normalisées.

1.2 La méthode est applicable à l'identification et à la désignation en code des plastiques propyléniques des types H, B et R mentionnés dans l'ISO 1873/1.

1.3 La méthode n'est pas applicable à l'essai des plastiques propyléniques du type Q mentionné dans l'ISO 1873/1 parce qu'elle est conçue et utilisable seulement pour des polymères de base, et non pour les mélanges du genre de ceux qui sont englobés dans le type Q.

1.4 La méthode est applicable aux plastiques propyléniques solides sous forme de particules de finesse spécifiée.

2 Référence

ISO 1873/1, *Plastiques — Thermoplastiques à base de polypropylène (PP) et de copolymères de propylène — Partie 1: Désignation.*

3 Appareillage

3.1 **Extracteur**, du type représenté à la figure ou de tout autre type donnant des résultats identiques. Cet extracteur doit être capable de réaliser l'extraction à la température d'ébullition du *n*-heptane.

3.2 **Cartouches**, en fibres de verre ou en papier (doigt de gant), de 30 ± 3 mm de diamètre et de 100 ± 10 mm de longueur.

3.3 **Étuves de séchage**, réglables aux températures respectives de 70 ± 2 °C et de 140 ± 2 °C, les deux étant équipées d'un dispositif à vide permettant une pression de moins de 25 kPa*.

3.4 **Balance**, précise à 0,000 1 g.

3.5 **Broyeur**, ou appareil équivalent.

3.6 **Tamis**, d'une ouverture de maille ne dépassant pas 1 mm. Une ouverture de maille de $0,5 \pm 0,1$ mm est recommandée.

4 Mode opératoire

4.1 Préparation de l'échantillon

4.1.1 Broyer le plastique propylénique solide en particules suffisamment fines pour passer à travers le tamis (3.6). Dans le cas d'une poudre, de floccs, de fibres ou de feuilles minces, le broyage et le tamisage ne sont pas nécessaires si au moins l'une des dimensions est inférieure à 0,6 mm. Les feuilles minces doivent être découpées en petits fragments, ou mises sous forme broyable par fusion sous forme de rubans ou de petites plaques.

4.1.2 Broyer l'échantillon de la façon suivante.

Mélanger au moins 10 g de l'échantillon avec de la glace carbonique ou de l'azote liquide en excès, placer dans le broyeur et écraser jusqu'à réduction en petites particules.

Après passage à travers le tamis (3.6), recueillir la matière tamisée et laisser reposer à la température ambiante jusqu'au moment de l'essai.

4.2 Détermination

4.2.1 Peser, à 0,000 1 g près, la cartouche en fibres de verre ou en papier (3.2), après séchage à 140 °C jusqu'à masse constante et refroidissement à la température ambiante dans un dessiccateur (masse m_1) (voir 4.2.4, note 1).

La remplir ensuite avec environ 5 g de l'échantillon et la placer dans l'une des étuves (3.3) réglée à 140 ± 2 °C, sous pression

* 25 kPa = 250 mbar

d'azote de 25 kPa ou moins. Cela signifie que la pression résiduelle d'azote à l'intérieur de l'appareillage doit être de 25 kPa ou moins (voir 4.2.4, note 2).

Généralement, 2 h sont suffisantes pour le séchage complet et le recuit de l'échantillon, mais il est recommandé d'étalonner l'efficacité de séchage de l'étuve pour déterminer le temps minimal nécessaire pour obtenir une masse constante des échantillons.

4.2.2 Laisser refroidir la cartouche contenant la prise d'essai à la température ambiante dans un dessiccateur et peser de nouveau à 0,000 1 g près (masse m_2). Exprimer la masse de la prise d'essai de plastique propylénique par la différence ($m_2 - m_1$). Placer ensuite la cartouche dans le siphon de l'extracteur (voir la figure) et extraire avec du *n*-heptane bouillant (de qualité analytique, exempt de composants aromatiques) durant 24 h (voir 4.2.4, notes 1 et 3).

4.2.3 Régler la vitesse d'ébullition du solvant de façon à obtenir 15 à 25 extractions par heure en utilisant 300 ml de *n*-heptane dans le ballon.

4.2.4 Après 24 h d'extraction, laisser refroidir la cartouche contenant le polymère résiduel à la température ambiante, la laver soigneusement avec de l'acétone (de qualité analytique) et la sécher dans l'autre étuve (3.3) réglée à 70 ± 2 °C jusqu'à masse constante, sous pression d'azote de 25 kPa ou moins.

Généralement, 4 à 6 h sont suffisantes pour obtenir une masse constante, mais il est recommandé d'étalonner l'efficacité de séchage de l'étuve par un essai préliminaire.

Peser, à 0,000 1 g près, la cartouche séchée contenant le polymère résiduel, après refroidissement à la température ambiante dans un dessiccateur (masse m_3) (voir note 1).

NOTES

1 Si des cartouches en papier sont utilisées, elles doivent être placées, avant la pesée, dans un vase à peser en verre, de façon à éliminer l'influence de l'humidité atmosphérique absorbée par les parois en papier.

2 De façon à améliorer la reproductibilité des essais d'extraction, il est recommandé de recuire les particules broyées de plastique propylénique dans une étuve, durant 2 h à 140 °C, sous atmosphère d'azote, pour égaliser le degré de cristallinité.

3 Si de la poudre ou des particules broyées de plastique propylénique du type H passent à travers des tamis de 0,5 mm d'ouverture de maille, un temps d'extraction de 6 h est permis (pour des raisons pratiques), sous réserve que les résultats obtenus concordent avec ceux d'une extraction de 24 h. L'extraction standard de 24 h est obligatoire dans les cas suivants:

- a) pour les plastiques propyléniques du type B;
- b) en cas de contestation concernant les résultats.

5 Calcul et expression des résultats

5.1 Les matières extractibles par le *n*-heptane, S_i , exprimées en pourcentage en masse, sont données par la formule

$$\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la cartouche;

m_2 est la masse, en grammes, de la cartouche plus la prise d'essai, avant l'extraction;

m_3 est la masse, en grammes, de la cartouche plus la prise d'essai, après l'extraction.

5.2 Noter la valeur de la quantité de matières extractibles, S , comme étant la moyenne arithmétique (exprimée avec deux décimales significatives) des valeurs observées dans un essai reproduit deux fois, à condition qu'elles soient comprises dans un intervalle de $\pm 7,5$ % de la moyenne, c'est-à-dire si

$$\frac{S_1 - S_2}{S} < 0,15$$

où

S_1 et S_2 sont les valeurs individuelles de S_i observées;

S est la moyenne arithmétique de ces deux valeurs.

Si cette condition n'est pas respectée, recommencer l'essai.

ISO 9113:1986

6 Calcul de l'indice d'isotacticité (II)

D'après la définition de l'indice d'isotacticité donnée dans l'ISO 1873/1, il résulte que

$$\text{Indice d'isotacticité (II)} = 100 - S$$

Arrondir la valeur de $100 - S$ à l'unité la plus proche et la noter comme étant l'indice d'isotacticité. Si la première décimale est 5, arrondir à l'unité immédiatement inférieure.

7 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) résultats individuels obtenus et moyenne arithmétique pour la quantité de matières extractibles par le *n*-heptane, et indice d'isotacticité;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

Dimensions en millimètres

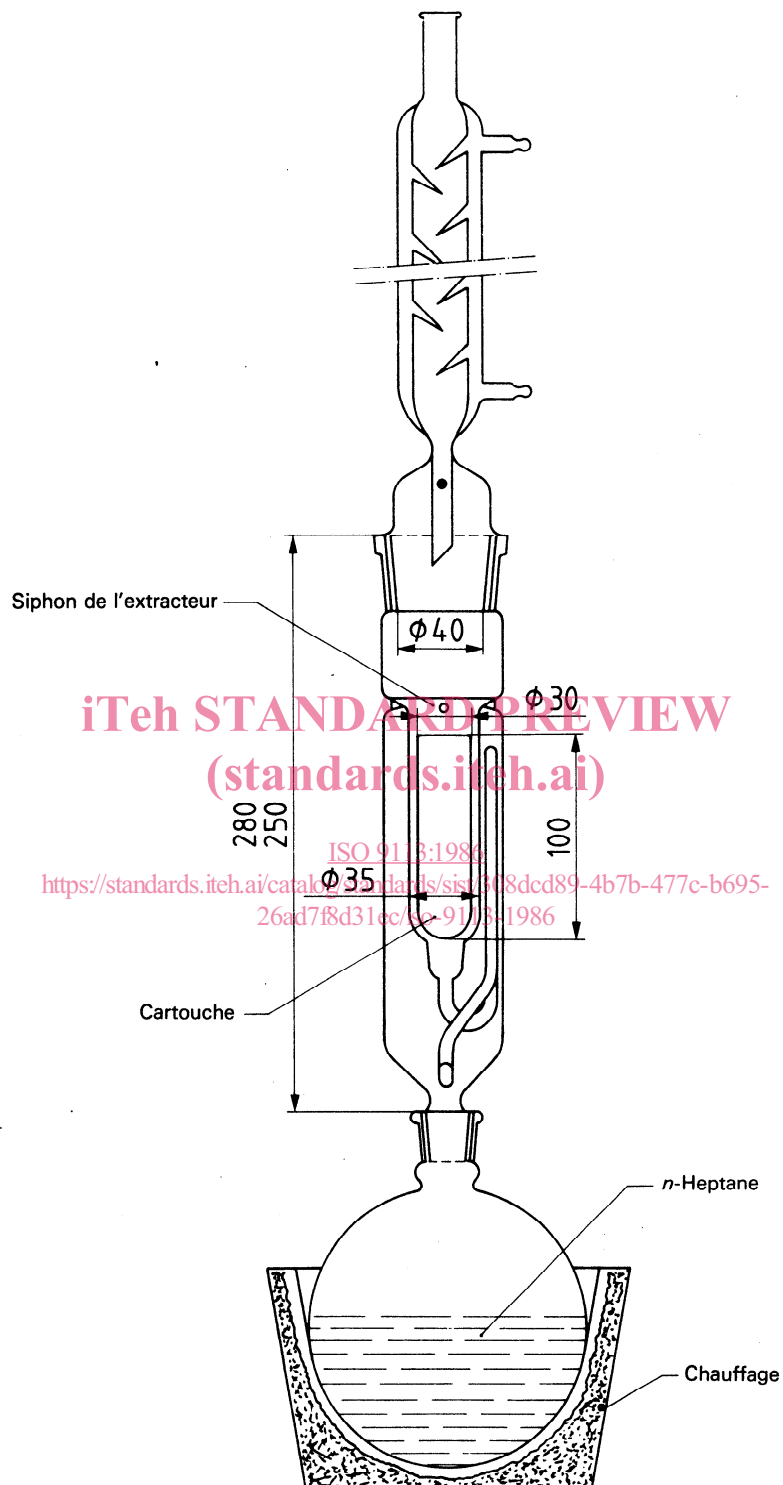


Figure — Appareil à extraction pouvant recevoir les cartouches décrites en 3.2

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9113:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/308dcd89-4b7b-477c-b695-26ad7f8d31ec/iso-9113-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9113:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/308dcd89-4b7b-477c-b695-26ad7f8d31ec/iso-9113-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9113:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/308dcd89-4b7b-477c-b695-26ad7f8d31ec/iso-9113-1986>