
**Plastiques — Détermination de la stabilité
thermique du poly(chlorure de vinyle), des
homopolymères et copolymères chlorés
apparentés et de leurs compositions — Méthode
du changement de couleur**
(standards.iteh.ai)

*Plastics — Determination of thermal stability of poly(vinyl chloride),
related chlorine-containing homopolymers and copolymers and their
compounds — Discoloration method*



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 305 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 305:1976), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Plastiques — Détermination de la stabilité thermique du poly(chlorure de vinyle), des homopolymères et copolymères chlorés apparentés et de leurs compositions — Méthode du changement de couleur

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination de la stabilité thermique du polychlorure de vinyle, des homopolymères et copolymères chlorés apparentés et de leur compositions, par l'importance du changement de couleur qui se produit lorsqu'ils sont exposés à une température élevée, sous la forme de feuilles.

— Méthode A: Méthode au bain à huile

— Méthode B: Méthode à l'étuve

1.2 Ces méthodes conviennent pour déterminer la résistance du PVC à la dégradation par la chaleur, par appréciation des changements de couleur après différents temps de chauffage dans des conditions normalisées. Les résultats sont seulement comparatifs, ils peuvent être peu satisfaisants lorsqu'on essaie du PVC coloré.

1.3 La méthode A est une méthode simple, avec des coûts d'appareillage réduits et permet de soumettre les matériaux à l'essai presque en absence d'air.

La méthode B exige une étuve à circulation d'air forcée, dans laquelle la distribution de l'air doit être réglée de façon à maintenir une température suffisamment constante dans toute la zone d'essai. Cette méthode n'est pas applicable aux matériaux qui peuvent se contaminer réciproquement pendant l'essai.

Les temps de stabilité donnés par les deux méthodes peuvent n'être pas similaires et ne peuvent pas être comparés directement.

2 Principe

2.1 Méthode A: Méthode au bain à huile

Une série d'éprouvettes est soumise à un traitement à une température élevée, pendant différents intervalles de temps, au moyen d'un bain à huile thermostaté. Les éprouvettes sont placées entre un bloc et un cylindre en aluminium pour favoriser le transfert de la chaleur et réduire le contact avec l'air.

2.2 Méthode B: Méthode à l'étuve

Une série d'éprouvettes est soumise à un traitement à une température élevée, pendant différents intervalles de temps, au moyen d'une étuve à circulation d'air forcée. Les éprouvettes sont supportées par une feuille neuve et propre d'aluminium placée sur un râtelier amovible.

3 Préparation et nombre d'éprouvettes

3.1 Les éprouvettes doivent se composer de

— disques de 14 mm de diamètre et environ 1 mm d'épaisseur, pour la méthode A;

— carrés de 15 mm de côté et environ 1 mm d'épaisseur, pour la méthode B.

Elles doivent être découpées à l'emporte-pièce dans les feuilles qui doivent être soumises à l'essai.

3.2 Le nombre d'éprouvettes requises est égal à la durée de l'essai, en minutes, divisée par 5. Si la stabilité de la composition en essai est très haute, retirer les éprouvettes toutes les 10 min ou 15 min au lieu de 5 min lors du premier stade de chauffage, avant l'apparition des changements de couleur.

Dans ce cas, le nombre d'éprouvettes peut être inférieur à celui prescrit.

3.3 Si le produit à essayer est un mélange pour extrusion ou pour moulage, présenté sous forme de granules, de poudre ou de pastilles, celui-ci doit être mis en feuille sur un mélangeur à cylindres, dans les conditions prévues dans la spécification du produit, ou selon un procédé établi par un accord entre les parties intéressées (l'ISO 293:1986, *Plastiques — Moulage par compression des éprouvettes en matières thermoplastiques*, peut être utile à cette fin).

3.4 Si le produit à essayer se présente sous la forme d'une pâte (plastisol), celui-ci doit être gélifié et mis sous forme d'une feuille convenable; les éprouvettes doivent ensuite être découpées à l'emporte-pièce dans la feuille ainsi obtenue.

NOTES

1 Si la surface des éprouvettes (en particulier celles provenant de matières non plastifiées) préparées grâce à un mélangeur à cylindres n'est pas suffisamment lisse pour assurer un bon contact avec le bloc et le cylindre en aluminium, il est recommandé de lisser la surface par pressage à chaud.

2 Le réchauffage des feuilles non plastifiées préparées grâce à un mélangeur à cylindres permet de découper les éprouvettes sans les briser.

4 Température d'essai

La température d'essai doit être celle définie dans la spécification de la matière, ou déterminée par un accord entre les parties intéressées; dans ce dernier cas, la température doit être choisie de sorte que la durée de l'essai soit dans l'intervalle de 60 min à 120 min. S'il n'y a pas de spécification ou d'accord, une température de 180 °C doit être utilisée.

5 Méthode A: Méthode au bain à huile

5.1 Appareillage

5.1.1 Bain à huile thermorégulé, pouvant maintenir une température avec une précision de $\pm 0,5$ °C, dans l'intervalle compris entre 120 °C et 200 °C, muni d'un agitateur adapté et d'un dispositif adéquat pour qu'un nombre approprié de tubes à essais puissent être immergés 60 mm à 70 mm de la surface.

5.1.2 Tubes à essais en verre, ayant les dimensions suivantes:

- diamètre extérieur: 18 mm \pm 0,4 mm;
- épaisseur de paroi: 1,2 mm \pm 0,2 mm;

— longueur: 150 mm au moins.

5.1.3 Blocs en aluminium, comme représenté à la figure 1.

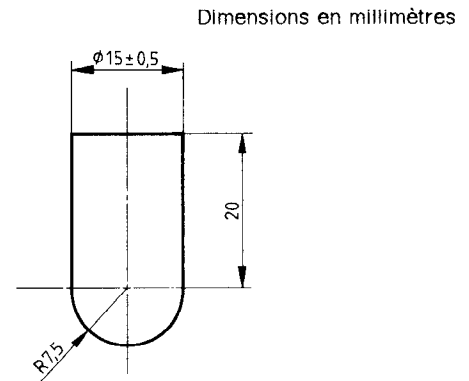


Figure 1 — Bloc en aluminium

5.1.4 Cylindres en aluminium, de 15 mm \pm 0,5 mm de diamètre et 30 mm de hauteur.

5.1.5 Instrument de mesurage du temps, par exemple un chronomètre, avec une précision de 0,5 min ou meilleure.

5.2 Mode opératoire

5.2.1 Préparer un nombre approprié de tubes à essais (5.1.2) et placer un bloc en aluminium (5.1.3) dans chaque tube, introduire ensuite une éprouvette et la couvrir avec un cylindre en aluminium (5.1.4).

5.2.2 Placer les tubes à essais verticalement dans le bain à huile thermorégulé (5.1.1), porté à 0,5 °C près de la température fixée, puis déclencher l'instrument de mesurage du temps (5.1.5).

5.2.3 Retirer du bain un tube à essais toutes les 5 min. Sortir l'éprouvette hors du tube et la laisser refroidir, en la comprimant légèrement, si nécessaire, pour éviter toute déformation. Numéroter les éprouvettes de façon consécutive.

5.2.4 Fixer les éprouvettes sur un carton en indiquant la durée d'exposition, en minutes, et la température d'essai.

AVERTISSEMENT — Pour rendre plus sûr le manement des tubes à essais mouillés d'huile chaude aussitôt après leur retrait du bain à huile, un temps supplémentaire pour l'égouttement peut être agréé entre les parties intéressées. Des pinces ou tout autre instrument approprié peuvent être utilisés pour tenir les tubes à essais lorsque l'on retire les blocs en aluminium.

6 Méthode B: Méthode à l'étuve

6.1 Appareillage

6.1.1 Étuve, du type à convection mécanique, apte à répondre aux exigences suivantes.

6.1.1.1 L'étuve doit être réglée par un thermostat capable de maintenir la température fixée avec une précision de $\pm 0,5$ °C.

6.1.1.2 L'étuve doit avoir un thermomètre étalonné, et les corrections appropriées doivent être appliquées à la mesure de la température.

6.1.1.3 La distribution de l'air dans l'étuve doit être réglée de façon que la température dans la zone d'essai soit suffisamment homogène pour donner des éprouvettes de couleur uniforme (voir 1.2, 2^e alinéa). Pour cela, on utilise normalement un flux d'air de 0,3 m³/min.

6.1.1.4 Avant de procéder aux essais, il faut s'assurer de l'uniformité de la température dans l'étuve. L'uniformité de la température est normalement déterminée en plaçant des thermocouples dans chaque angle et au centre; la température est vérifiée toutes les 5 min. Cela peut aussi être effectué en introduisant, à la température d'essai, un râtelier avec 8 à 10 éprouvettes du même échantillon, réparties dans la zone utilisée, et exposées jusqu'au premier changement de couleur. La formulation de la matière doit être choisie de sorte qu'un changement de couleur bien distinct se produise entre 45 min à 60 min d'essai. Une distribution de températures insuffisamment uniformes, mise en évidence par des différences de couleur des éprouvettes, doit être corrigée avant de procéder aux essais.

6.1.1.5 L'intérieur de l'étuve en acier inoxydable est recommandé pour réduire la corrosion due à l'exposition continue aux gaz de décomposition.

6.1.2 Supports d'éprouvettes, en feuille d'aluminium, neuve et propre, à poser sur un plateau d'étuve amovible.

Si l'on utilise une étuve équipée d'un porte-éprouvettes rotatif, il faut que les éprouvettes soient supportées de façon qu'il n'y ait aucun allongement ou rétrécissement appréciable pouvant modifier les dimensions des éprouvettes, plus particulièrement l'épaisseur. Dans ce cas, il y a lieu de vérifier l'uniformité de la température de l'étuve en utilisant le porte-éprouvettes existant sur le dispositif rotatif.

6.1.3 Instrument de mesurage du temps, par exemple un chronomètre, avec une précision de 0,5 min ou meilleure.

6.2 Mode opératoire

6.2.1 Préparer un support d'éprouvettes (6.1.2) de dimensions suffisantes pour recevoir les éprouvettes de différentes compositions, pour chaque essai et pour chaque intervalle de temps.

6.2.2 Placer une éprouvette de chaque composition sur chacun des supports.

6.2.3 Poser tous les supports sur le plateau d'étuve amovible.

6.2.4 Placer le plateau dans l'étuve (6.1.1) réglée à la température d'essai, en maintenant la porte de l'étuve ouverte durant le temps minimal nécessaire. Le ventilateur pour la circulation de l'air doit être débranché lorsque la porte est ouverte.

6.2.5 Déclencher l'instrument de mesurage du temps (6.1.3).

6.2.6 Retirer un support garni de ses éprouvettes aux intervalles choisis dans la période d'exposition, de préférence jusqu'au noircissement. Numérotter les éprouvettes de façon consécutive.

6.2.7 Fixer les éprouvettes sur un carton en indiquant la durée d'exposition, en minutes, et la température d'essai.

7 Expression des résultats

Noter le temps, en minutes, écoulé à partir du début de l'essai

— jusqu'au premier changement de couleur, et

— jusqu'à la fin de l'essai.

NOTE 3 En cas de litige, lorsqu'une plus grande précision est demandée, il est recommandé de comparer les éprouvettes au moyen d'une échelle de couleur choisie ou au moyen d'un photomètre.

8 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue, car des données d'essais interlaboratoires ne sont pas disponibles. Cette méthode peut ne pas être convenable pour l'utilisation dans les spécifications ou dans le cas de résultats contestés, jusqu'à ce que ces données soient disponibles.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) méthode utilisée (A ou B);
- c) identification complète de l'échantillon, y compris la composition du mélange et le mode de préparation des éprouvettes, par exemple le traitement thermique;
- d) température d'essai;

- e) temps, en minutes, qui s'est écoulé à partir du début de l'essai
 - jusqu'au premier changement de couleur, et
 - jusqu'à la fin de l'essai;
- f) date de l'essai.

La collection complète des éprouvettes ayant subi l'essai et une éprouvette non traitée, fixées sur un carton, doit accompagner le rapport d'essai, mais il est essentiel que ce carton soit conservé dans l'obscurité.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 305:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d38fcd96-4d96-4110-a6f6-c4619f8fb080/iso-305-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 305:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d38fcdbd-4d96-4110-a6f6-c4619f8fb080/iso-305-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 305:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d38fcdbd-4d96-4110-a6f6-c4619f8fb080/iso-305-1990>