

transl. a 61

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 176

MATIÈRES PLASTIQUES
DÉTERMINATION DES PERTES EN PLASTIFIANTS
PAR LA MÉTHODE AU CHARBON ACTIF

1^{ère} EDITION
Février 1961

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 176, *Détermination des pertes en plastifiants par la méthode au charbon actif*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 61, *Matières Plastiques*, dont le Secrétariat est assuré par l'American Standards Association, Incorporated (ASA).

Les travaux que le Comité Technique entreprit à ce sujet dès l'année 1954, prirent fin, en 1956, par l'adoption d'une proposition en tant que Projet de Recommandation ISO.

En date du 28 novembre 1958, ce Projet de Recommandation ISO (N° 191) fut distribué à tous les Comités Membres de l'ISO et approuvé, sous réserve de modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants:

| | | |
|-----------|----------|-----------------|
| Allemagne | Inde | Royaume-Uni |
| Australie | Israël | Suède |
| Autriche | Italie | Suisse |
| Belgique | Japon | Tchécoslovaquie |
| Birmanie | Pays-Bas | Turquie |
| Bulgarie | Pologne | U.R.S.S. |
| Espagne | Portugal | U.S.A. |
| Hongrie | Roumanie | |

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet: France.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en février 1961, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

MATIÈRES PLASTIQUES**DÉTERMINATION DES PERTES EN PLASTIFIANTS
PAR LA MÉTHODE AU CHARBON ACTIF****1. OBJET**

- 1.1 La présente méthode d'essai décrit, d'une façon générale, le mode opératoire à suivre pour la détermination quantitative des pertes affectant une matière plastique, à une température et pendant un temps donnés, en présence de charbon actif.
- 1.2 Cette méthode d'essai est employée, en particulier, pour déterminer quantitativement les pertes en plastifiants, de matières plastiques plastifiées soumises à l'action de la chaleur.

2. SIGNIFICATION DE L'ESSAI

- 2.1 Cette méthode d'essai est empirique et ne convient que pour comparer par une méthode rapide les pertes en plastifiants ou, d'une façon plus générale, en composés volatils, de différentes matières plastiques. Cette comparaison n'est possible que si l'on emploie des éprouvettes de même épaisseur.
- 2.2 La méthode peut également être employée pour comparer différents types de plastifiants; on devra alors préparer des compositions types à base de résines bien déterminées et dans des proportions bien définies.
- 2.3 Dans les cas où il peut être présumé qu'après reconditionnement la teneur en humidité, reprise par les éprouvettes, est égale à la teneur initiale, l'effet dû à l'humidité peut être considéré comme négligeable.

3. APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

- 3.1 *Balance analytique*, d'une précision de 0,001 g.
- 3.2 *Micromètre*, d'une précision de 0,01 mm.
- 3.3 *Bain thermostatique* ou *étuve*, permettant d'obtenir un réglage de la température d'essai à ± 1 °C près, entre 50 et 150 °C.
- 3.4 *Récipients métalliques cylindriques* de 100 mm de diamètre et 120 mm de hauteur environ, recouverts d'une façon non hermétique; un couvercle percé d'un petit trou de 3 mm peut convenir.
- 3.5 *Cages métalliques*, construites avec une toile à tamis en bronze d'environ 30 mesh (approximativement 100 mailles par centimètre carré). Elles doivent être de forme cylindrique, avoir 60 mm de diamètre et 6 mm de haut et être fabriquées par soudure à angle droit d'une bande de toile métallique sur le bord d'un disque de cette même toile; un autre de ces disques servira de couvercle.
- 3.6 *Charbon actif*, dont la taille des éléments est d'environ 4 à 6 mm, sans poudre. Le charbon doit être d'un type et d'une qualité bien déterminés, afin d'obtenir des résultats concordants (voir Annexe).

Avant usage, le charbon doit être tamisé et séché à 70 °C, de préférence sous vide, jusqu'à masse constante, et ensuite conservé dans un récipient hermétique. Utiliser à chaque essai un produit frais.

4. ÉPROUVETTES

- 4.1 Les éprouvettes doivent avoir la forme d'un disque de 50 ± 1 mm de diamètre et de $1 \pm 0,1$ mm d'épaisseur.
- 4.2 Les éprouvettes sont découpées avec un emporte-pièce spécial dans des feuilles de 1 mm d'épaisseur obtenues par moulage sous pression d'une ou de plusieurs couches de la matière soumise à l'essai ou dans des feuilles moulées préparées au mélangeur, lorsque la matière plastique est sous forme de granulés ou de poudre, en employant comme moule un cadre approprié et des plaques d'acier poli.
- 4.3 Si l'essai est destiné à la détermination des caractéristiques de certains plastifiants, un mélange type de composition donnée sera préparé selon accord entre vendeur et acheteur.
- 4.4 Trois éprouvettes au moins par matière seront soumises à l'essai.
- 4.5 L'emploi d'éprouvettes de différentes formes et épaisseurs n'est pas exclu. La comparaison entre les valeurs obtenues n'est possible, cependant, que pour les éprouvettes de même épaisseur.
- 4.6 Dans le cas de tissus enduits ou en général d'autres supports revêtus de pellicules en matière plastique, l'éprouvette doit être coupée avec un emporte-pièce dans la matière à essayer.

5. CONDITIONNEMENT

Les éprouvettes doivent subir le conditionnement prévu par la Recommandation ISO s'y rapportant.*

6. MODE OPÉRATOIRE

Utiliser l'une des deux méthodes suivantes :

La première, Méthode A, est à *contact direct* de l'éprouvette avec le charbon et est plus particulièrement utile pour les matières devant être essayées à une température relativement basse, en raison de leur ramollissement à des températures plus élevées.

La deuxième, Méthode B, prévoit l'emploi de *cages métalliques* lesquelles empêchent le contact direct des éprouvettes avec le charbon.

6.1 Méthode A : à contact direct des éprouvettes avec le charbon

6.1.1 Après leur conditionnement, peser les éprouvettes chacune à 0,001 g près.

6.1.2 Verser environ 120 cm³ de charbon actif (voir paragraphe 3.6) dans le fond d'un récipient métallique (voir paragraphe 3.4). Placer ensuite la première éprouvette sur le charbon et la recouvrir par 120 cm³ de charbon. Placer une deuxième éprouvette de la même façon, puis une troisième, et verser enfin par-dessus 120 cm³ de charbon. Placer sur le récipient un couvercle non hermétique ou bien ayant au moins un trou d'aération.

6.1.3 Ne placer dans le même récipient métallique que des éprouvettes de même composition, afin d'éviter les migrations accidentelles de plastifiants ou d'autres composants volatils d'une éprouvette à l'autre.

6.1.4 Placer le récipient dans une étuve ou un bain thermostatique maintenu à une température de 70 ± 1 °C, pendant 24 heures.

6.1.5 Après la période d'essai, laisser refroidir le récipient à la température ambiante: retirer ensuite les éprouvettes et les brosser soigneusement jusqu'à disparition de toutes les traces des particules de charbon qui auraient pu s'y fixer. Reconditionner enfin les éprouvettes, comme il est indiqué au paragraphe 5.

6.1.6 Peser à nouveau les éprouvettes à 0,001 g près.

* La Recommandation ISO concernant les atmosphères normales pour le conditionnement et les essais des matières plastiques est en cours d'élaboration.

6.2 Méthode B : utilisant les cages métalliques

- 6.2.1 Le mode opératoire est le même que pour la Méthode A, excepté que chaque éprouvette est introduite dans une petite cage, en toile à tamis métallique, fabriquée selon les indications du paragraphe 3.5, qui permet d'éviter le contact direct entre la matière plastique et le charbon.
- 6.2.2 Maintenir la température à 100 ± 1 °C (la durée de l'essai, sauf accord contraire, est de 24 heures).
- 6.2.3 Après l'essai, sortir les éprouvettes des récipients, les reconditionner et les peser à nouveau (comme il est indiqué plus haut pour l'essai A, paragraphe 6.1.6.).

NOTE. Pour certaines matières, des températures et des durées d'essai peuvent faire l'objet d'accords différents, tout en maintenant le même mode opératoire.

7. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

La variation de masse, exprimée en pourcentage est calculée comme suit pour chaque éprouvette:

$$\Delta M_1 = \frac{M_1 - M'_1}{M_1} 100$$

où M_1 = masse, en grammes, de l'éprouvette après conditionnement;

M'_1 = masse, en grammes, de l'éprouvette après passage à l'étuve ou au bain thermostatique et reconditionnement;

ΔM_1 = variation (perte) de masse.

8. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit mentionner:

- 8.1 L'identification complète de l'échantillon, ainsi que le mode de préparation des éprouvettes.
- 8.2 Les épaisseurs de chacune des éprouvettes à 0,01 mm près.
- 8.3 Les valeurs absolues des masses des éprouvettes, en grammes, avant l'essai et les valeurs absolues du gain ou de la perte de masse, en milligrammes, après l'essai.
- 8.4 Les variations de masse, exprimées en pourcentage, pour chaque éprouvette.
- 8.5 La moyenne des valeurs obtenues avec trois éprouvettes.
- 8.6 Toutes les observations concernant les modifications d'aspect des éprouvettes.

ANNEXE

QUALITÉS DE CHARBON ACTIF

Il est suggéré d'utiliser les qualités de charbon actif suivantes:

1. **aux U.S.A. :** Columbia Activated Carbon, Grade AC 6/14 mesh ou AAC 6/14 mesh, tel qu'il est préparé par la Carbide and Carbon Chemical Company, U.S.A.;
2. **en Europe :** Activated Carbon Ref: 207 C-5 14 mesh, préparé par la Sutcliffe Speakman & Co., Ltd., Leigh, Lancashire, Royaume-Uni, ou

Aktivkohle TD 2 et TD 4, préparé par Bayer Farbenfabriken, Leverkusen, Allemagne.