

NORME INTERNATIONALE

ISO
1183

Première édition
1987-07-15



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

Plastiques — Méthodes pour déterminer la masse volumique et la densité relative des plastiques non alvéolaires

Plastics — Methods for determining the density and relative density of non-cellular plastics

(standards.iteh.ai)

ISO 1183:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bd875cd-ed8b-4d51-8636-ed5434ed5297/iso-1183-1987>

Numéro de référence
ISO 1183:1987 (F)

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.

iTeh STANDARD PREVIEW

La Norme internationale ISO 1183 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 1183 : 1970, dont elle constitue une révision technique. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bd875cd-ed8b-4d51-8636-ed5434ed5297/iso-1183-1987>

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 — Méthodes pour déterminer la masse volumique et la densité relative des plastiques non alvéolaires

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie quatre méthodes de détermination de la masse volumique et de la densité relative des plastiques non alvéolaires sous forme de plaque, film, tube, objets moulés, poudres à mouler, granulés et pastilles.

— Méthode A

Méthode par immersion, pour les plastiques sous forme d'objet fini ou usiné ou autrement formé (voir 5.1.3), mais pas pour les poudres.

— Méthode B

Méthode du pycnomètre, pour les plastiques sous forme de poudres à mouler, granulés ou pastilles, et pour les objets moulés après broyage en petites particules.

— Méthode C

Méthode par titrage, pour les plastiques sous des formes semblables à celles requises pour la méthode A et sous forme de pastilles.

— Méthode D

Méthode de la colonne à gradient de densité, pour les plastiques sous des formes semblables à celles requises pour la méthode A et sous forme de pastilles. Les colonnes à gradients de densité sont des colonnes de liquides dont les masses volumiques augmentent uniformément du sommet au fond. Elles conviennent particulièrement aux mesurages sur de petits échantillons de produits et aux comparaisons de masses volumiques.

1.2 La masse volumique et la densité relative sont fréquemment utilisées à la fois pour suivre les variations de la structure physique des échantillons et dans les calculs de quantité de matière nécessaire pour remplir un volume donné. La masse volumique est la caractéristique principale liant la masse et le volume d'un objet, d'une éprouvette ou d'une matière. Ces caractéristiques peuvent aussi être utilisées pour déterminer l'homogénéité d'échantillons ou d'éprouvettes. Ces méthodes sont prévues pour donner des résultats d'une justesse d'au moins 0,2 % s'il n'est pas tenu compte des corrections pour la pesée dans l'air, et d'une justesse de 0,05 % si de telles corrections sont effectuées.

1.3 La masse volumique des plastiques dépend souvent des méthodes employées pour la préparation des éprouvettes. Lorsque c'est le cas, des détails précis des méthodes de préparation doivent être donnés; ces méthodes sont habituellement indiquées dans les spécifications de la matière.

2 Références

ISO 31-3, *Grandeurs et unités de mécanique*.

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

3 Définitions

3.1 **masse volumique**, ρ_t : Quotient de la masse d'un échantillon par son volume V_t (à la température t), exprimée en kilogrammes par mètre cube, en grammes par centimètre cube ou en grammes par millilitre.

En général, t sera l'une des températures normales de laboratoire, spécifiées dans l'ISO 291 (23 ou 27 °C).

3.2 **densité relative**: Rapport de la masse d'un volume donné de matière à la température t_1 à celle d'un même volume d'un matériau de référence à la température t_2 ; elle s'exprime sous la forme: densité relative à t_1 et t_2 (symbole: $d_{t_2}^{t_1}$), où t est la température, en degrés Celsius.

En général, t sera l'une des températures normales de laboratoire, spécifiées dans l'ISO 291 (23 ou 27 °C).

La densité relative peut aussi être définie comme le rapport de la masse volumique d'une matière à la masse volumique d'un matériau de référence dans des conditions qui sont spécifiées pour les deux substances.

NOTES

1 Quand le matériau de référence est l'eau, en anglais le terme «specific gravity» est souvent utilisé pour «relative density» et en français le terme «densité» au lieu de «densité relative».

La masse volumique à t_1 °C peut être convertie en densité à l'aide de l'équation

$$d_{t_2}^{t_1} = \frac{\rho_{S,t_1}}{\rho_{W,t_2}}$$

où

$d_{t_2}^{t_1}$ est la densité de l'échantillon;

ρ_{S,t_1} est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de l'échantillon à la température t_1 ;

ρ_{W,t_2} est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de l'eau à la température t_2 ; les valeurs à quelques températures de laboratoire sont données ci-après :

t	$\rho_{W,t}$
°C	g/cm ³
20	0,998 2
23 ¹⁾	0,997 6
27	0,996 5

Il convient de consulter le Bureau International des Poids et Mesures pour les formules exactes reliant la masse volumique à la densité par rapport à l'eau à d'autres températures.

2 Les termes équivalents suivants, tirés de l'ISO 31-3, sont reproduits ici pour information.

Terme français	Terme anglais	Symbole	Formule	Unité
masse volumique	density (mass density)	ρ	$\frac{m}{V}$	kg/m ³ g/cm ³ g/ml
densité relative	relative density	d	$\frac{\rho_1}{\rho_2}$	sans dimension
volume massique	specific volume	v	$\frac{V}{m} = \frac{1}{\rho}$	m ³ /kg cm ³ /g ml/g

4 Conditionnement

En général, le conditionnement des échantillons à température constante ne sera pas nécessaire, puisque la détermination elle-même place l'échantillon à la température constante de l'essai. Par contre, le conditionnement des échantillons à une humidité constante peut être requis. Les échantillons, dont la masse volumique varie pendant l'essai à tel point qu'elle peut dépasser la justesse requise pour cette détermination, doivent être conditionnés avant le mesurage, selon les spécifications applicables à la matière considérée.

Lorsque la variation de la masse volumique avec le temps ou les conditions atmosphériques est le principal objet des mesurages, les échantillons doivent être conditionnés selon un programme choisi par accord entre les parties intéressées.

5 Méthodes

5.1 Méthode A

5.1.1 Appareillage

5.1.1.1 Balance, précise à 0,1 mg.

5.1.1.2 Trépied, ou autre support fixe.

5.1.1.3 Pycnomètre, par exemple de 50 ml de capacité, avec un tube capillaire latéral de trop-plein, pour déterminer la masse volumique du liquide d'immersion lorsque ce liquide n'est pas de l'eau. Le pycnomètre doit être équipé d'un thermomètre gradué en 0,1 °C de 0 à 30 °C.

5.1.1.4 Bain liquide, pouvant être thermorégularisé à 0,1 °C près.

5.1.2 Liquides d'immersion

Eau fraîchement distillée, ou autre liquide convenable, contenant au plus 0,1 % d'un agent mouillant pour faciliter le départ des bulles d'air.

Le liquide ou la solution dans lequel l'échantillon est immergé pendant le mesurage ne doit avoir aucune action sur celui-ci et ne doit pas être absorbé par lui en quantité appréciable.

5.1.3 Échantillons

Les échantillons peuvent être des films, plaques, tubes, objets moulés, granulés autres que pulvérulents, ou échantillons prélevés sur de tels objets, à faces polies de façon à éviter la rétention des bulles d'air pendant l'immersion dans le liquide. L'échantillon doit être de toute taille convenable pour permettre un écartement suffisant entre l'échantillon et le béccher (une masse d'environ 1 à 5 g est souvent adéquate).

5.1.4 Mode opératoire

5.1.4.1 Peser l'échantillon suspendu par un fil métallique fin d'au maximum 0,125 mm de diamètre.²⁾

5.1.4.2 Immerger l'échantillon, toujours suspendu au fil, dans le liquide d'immersion (5.1.2) contenu dans un béccher posé sur le trépied ou sur un autre support fixe (5.1.1.2). La température du liquide d'immersion doit être $t \pm 0,1$ °C, où t est 23 ou 27 °C. Éliminer les bulles d'air adhérentes au moyen d'un fil métallique fin. Il est utile de repérer le niveau d'immersion, par exemple par une légère entaille sur le fil métallique. Peser l'échantillon immergé.

5.1.4.3 Déterminer la masse volumique des liquides d'immersion autres que l'eau comme suit. Peser le pycnomètre (5.1.1.3) d'abord vide, puis contenant de l'eau fraîchement distillée à la température t . Peser le même pycnomètre, après nettoyage et séchage, rempli avec le liquide d'immersion (également à la température t). Calculer la masse volumique, ρ_{IL} , du liquide d'immersion à l'aide de l'équation

$$\rho_{IL} = \frac{m_{IL}}{m_W} \times \rho_{W,t}$$

où

m_{IL} est la masse du liquide d'immersion;

1) Température de référence: voir ISO 291.

2) Un tel fil fin rend inutile la correction pour la perte apparente de la masse du fil.

m_W est la masse de l'eau;

$\rho_{W,t}$ est la masse volumique de l'eau à la température t .

5.1.4.4 Calculer la masse volumique, $\rho_{S,t}$, de l'échantillon à l'aide de l'équation

$$\rho_{S,t} = \frac{m_{S,A} \rho_{IL}}{m_{S,A} - m_{S,IL}}$$

où

$m_{S,A}$ est la masse, en grammes, de l'échantillon dans l'air;

$m_{S,IL}$ est la masse, en grammes, non corrigée de l'échantillon dans le liquide d'immersion;

ρ_{IL} est la masse volumique, exprimée en grammes par centimètre cube ou en grammes par millilitre, du liquide d'immersion, déterminée comme indiqué en 5.1.4.3.

NOTE — Pour des échantillons de masse volumique inférieure à celle du liquide d'immersion, l'essai peut être effectué exactement de la même façon que ci-dessus, avec l'exception suivante: un lest de plomb ou d'une autre matière dense est attaché au fil de façon que ce lest reste sous la surface du fluide ainsi que l'échantillon, pendant l'immersion. La perte apparente de masse, Δm , du lest pendant l'immersion peut être considérée comme une part du fil de suspension; elle doit être soustraite de $m_{S,IL}$ dans l'équation ci-dessus. Ainsi,

$$\rho_{S,t} = \frac{m_{S,A} \rho_{IL}}{m_{S,A} - (m_{S,IL} - \Delta m)}$$

(s'il n'y a pas de lest, $\Delta m = 0$)

où

$m_{S,A}$ et $m_{S,IL}$ ont les mêmes significations que dans l'équation précédente;

Δm est la perte apparente de masse du lest immergé dans le liquide.

Pour la correction de poussée de l'air, voir chapitre 6.

5.2 Méthode B

5.2.1 Appareillage

5.2.1.1 Balance, précise à 0,1 mg.

5.2.1.2 Trépied, ou autre support fixe.

5.2.1.3 Pycnomètre (voir 5.1.1.3).

5.2.1.4 Bain liquide (voir 5.1.1.4).

5.2.2 Liquides d'immersion

Voir 5.1.2.

5.2.3 Échantillons

Les échantillons de poudre à mouler, pastilles ou granulés doivent être mesurés sous la forme dans laquelle ils se pré-

sentent. La masse de l'échantillon doit être située dans l'intervalle de 1 à 5 g.

5.2.4 Mode opératoire

5.2.4.1 Peser le pycnomètre (5.2.1.3) vide et sec. Peser une quantité convenable de matière plastique dans le pycnomètre. Couvrir l'échantillon pour essai avec le liquide d'immersion (5.2.2) et éliminer tout l'air de l'échantillon en appliquant le vide au pycnomètre placé dans un dessiccateur. Arrêter la mise sous vide et remplir le pycnomètre avec le liquide d'immersion. Porter l'ensemble à température constante dans le bain liquide thermorégularisé (5.2.1.4) et faire ensuite exactement le plein aux limites de la capacité du pycnomètre. Essuyer à sec et peser le pycnomètre avec l'échantillon et le liquide d'immersion.

5.2.4.2 Vider et nettoyer le pycnomètre, le remplir avec de l'eau distillée bouillie, en éliminant l'air comme indiqué ci-dessus, et déterminer la masse du pycnomètre et de son contenu à la température d'essai.

5.2.4.3 Répéter l'opération avec le liquide d'immersion si un liquide d'immersion autre que l'eau est utilisé, et calculer sa masse volumique comme indiqué en 5.1.4.3.

5.2.4.4 Calculer la masse volumique, $\rho_{S,t}$, de l'échantillon à l'aide de l'équation

$$\rho_{S,t} = \frac{m_S \rho_{IL}}{m_1 - m_2}$$

m_S est la masse, en grammes, de l'échantillon;

m_1 est la masse, en grammes, de liquide nécessaire pour remplir le pycnomètre;

m_2 est la masse, en grammes, de liquide nécessaire pour remplir le pycnomètre contenant l'échantillon;

ρ_{IL} est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du liquide d'immersion, déterminée comme indiqué en 5.1.4.3.

Pour la correction de poussée de l'air, voir chapitre 6.

5.3 Méthode C

5.3.1 Appareillage

5.3.1.1 Bain thermorégularisé (voir 5.1.1.4).

5.3.1.2 Éprouvette cylindrique en verre, de 250 ml de capacité.

5.3.1.3 Thermomètre, gradué en divisions de 0,1 °C, avec un domaine de mesurage approprié à la température d'essai utilisée.

5.3.1.4 Fiole jaugée, de 100 ml de capacité.

5.3.1.5 Agitateurs, en verre étiré.

5.3.1.6 Burette automatique, de 25 ml de capacité, graduée en 0,1 ml, maintenue dans le bain thermorégularisé (5.3.1.1).

5.3.2 Liquides d'immersion

Deux liquides miscibles fraîchement distillés ayant des masses volumiques différentes. Les masses volumiques données pour différents liquides dans le tableau de l'annexe peuvent servir de guide approprié.

Le liquide ou la solution dans lequel l'échantillon est immergé pendant le mesurage ne doit avoir aucune action sur celui-ci et ne doit pas être absorbé par lui en quantité appréciable.

5.3.3 Échantillons

Les échantillons doivent être de toute forme solide convenable.

5.3.4 Mode opératoire

5.3.4.1 Choisir un liquide dont la masse volumique est immédiatement inférieure à celle de la matière examinée. Au besoin, faire un essai préalable rapide avec quelques millilitres du liquide.

5.3.4.2 Mesurer très exactement, à l'aide de la fiole jaugée (5.3.1.4), 100 ml d'un liquide d'immersion (5.3.2) et transvaser dans l'éprouvette de 250 ml (5.3.1.2) propre et sèche. Poser et fixer l'éprouvette dans le bain thermorégularisé (5.3.1.1) à la température t . En général, t sera l'une des températures normales de laboratoire (23 ou 27 °C).

5.3.4.3 Mettre les fragments de l'échantillon pour essai dans l'éprouvette. Ils doivent tomber au fond et aucune bulle d'air ne doit y adhérer. Laisser l'éprouvette et son contenu se stabiliser à la température du bain durant environ 5 min, en agitant de temps en temps.

5.3.4.4 Lorsque la température du liquide est t °C, ajouter millilitre par millilitre le second liquide d'immersion (5.3.2) fourni par la burette automatique (5.3.1.6). Agiter verticalement le liquide après chaque addition, au moyen d'une baguette de verre à extrémité aplatie (5.3.1.5), en évitant de provoquer la formation de bulles d'air.

Après chaque addition du second liquide et mélange, observer le comportement des fragments d'échantillon. Tout d'abord, ils retombent rapidement au fond de l'éprouvette, puis cette retombée devient plus lente. Maintenant, ajouter le second liquide par fractions de 0,1 ml. Noter la quantité totale du second liquide ajoutée lorsque les premiers fragments demeurent entre deux eaux, au niveau où l'agitation les a portés, sans descendre ni monter durant au moins 1 min.

Reprendre les additions du second liquide jusqu'à ce que les fragments les plus denses atteignent à leur tour cet état d'équilibre indifférent. Pour chaque échantillon, noter la quan-

tité de second liquide nécessaire. Pour chaque couple de liquides, la relation fonctionnelle entre la quantité de second liquide ajoutée et la masse volumique doit être établie et mise sous forme de graphique.

NOTES

1 Il est recommandé de laisser en permanence dans la solution le thermomètre (5.3.1.3). Cela permet de vérifier que l'équilibre thermique est atteint au moment du mesurage et, en particulier, que la chaleur de dilution a été dissipée.

2 La masse volumique des mélanges de liquide en chaque point de la courbe de relation fonctionnelle peut être déterminée par la méthode du pycnomètre.

5.4 Méthode D

5.4.1 Appareillage

5.4.1.1 Colonne à gradient de densité, constituée d'un tube approprié, qui peut être gradué, d'au moins 40 mm de diamètre et muni d'un bouchon.

5.4.1.2 Bain thermorégularisé (voir 5.1.1.4).

5.4.1.3 Jeu de flotteurs en verre, calibrés, couvrant la gamme des masses volumiques à déterminer, et répartis à peu près régulièrement dans l'étendue de cette gamme.

5.4.1.4 Jeu d'aréomètres convenables, couvrant la gamme des masses volumiques à déterminer et gradués en masse volumique de 0,001 g/cm³ en 0,001 g/cm³, ou tout autre moyen convenable pour mesurer les masses volumiques des liquides.

5.4.1.5 Balance (voir 5.1.1.1).

5.4.1.6 Siphon ou système de pipettes, pour le remplissage de la colonne à gradient de densité (5.4.1.1), tel que représenté à la figure, ou tout autre système donnant un résultat équivalent.

5.4.1.7 Cathétomètre (facultatif).

5.4.2 Liquides d'immersion

Voir 5.3.2.

Les mélanges des deux liquides choisis doivent être préparés comme indiqué en 5.4.4.2.

5.4.3 Échantillons

Les échantillons doivent être des fragments de matière de toute forme convenable pour faciliter l'identification. Les dimensions doivent être choisies pour permettre le mesurage précis de la position du centre du volume. Les faces doivent être lisses et exemptes de cavités pour éviter l'emprisonnement de bulles d'air pendant l'immersion.

5.4.4 Mode opératoire

5.4.4.1 Préparation des flotteurs en verre

5.4.4.1.1 Les flotteurs en verre (5.4.1.3), préparés selon toute méthode convenable, doivent être complètement recuits, à peu près sphériques et d'au plus 5 mm de diamètre.

5.4.4.1.2 Préparer une solution d'environ 500 ml des liquides d'immersion (5.4.2) à utiliser dans la colonne à gradient de densité (5.4.1.1), telle que la masse volumique de la solution mesurée à l'aide d'aréomètres (5.4.1.4) soit à peu près égale à la plus faible masse volumique envisagée. Lorsque les flotteurs sont à la température ambiante, les introduire avec précaution dans la solution. Mettre de côté les flotteurs qui s'enfoncent lentement et rejeter ceux qui s'enfoncent rapidement ou les réserver pour une autre colonne. Si nécessaire, pour obtenir un échelonnement convenable de flotteurs,

- a) ajuster les flotteurs choisis à la masse volumique désirée en usant la soudure du flotteur sur une plaque de verre saupoudrée d'une mince couche de carbure de silicium dont la dimension des particules est inférieure à 38 μm (400 mailles) ou d'un autre abrasif approprié, ou
- b) décaper les flotteurs au moyen d'acide fluorhydrique.

L'opération peut être suivie en plaçant, de temps en temps, le flotteur dans la solution d'essai et en notant les variations de sa vitesse d'enfoncement.

5.4.4.1.3 Déterminer la masse volumique de chaque flotteur étalon en verre, préparé comme indiqué ci-dessus, en plaçant le flotteur dans une solution de deux liquides convenables dont les masses volumiques peuvent être modifiées dans la gamme désirée par addition au mélange de l'un ou de l'autre liquide. Si le flotteur s'enfonce, ajouter du liquide plus dense en agitant bien. Laisser reposer la solution et ne pas ajouter d'autre liquide jusqu'à ce que le flotteur présente des signes de déplacement. S'il présente des signes de déplacement, répéter les opérations ci-dessus jusqu'à ce que le flotteur reste immobile durant au moins 30 min. Il convient de faire ces mesurages dans le bain thermostatisé (5.4.1.2) à la même température que celle utilisée pour la colonne à gradient de densité. Dans tous les cas, les solutions pour le calibrage des flotteurs doivent être maintenues à $t \pm 0,1$ °C, où t est 23 ou 27 °C.

5.4.4.1.4 Déterminer la masse volumique de la solution, au plus proche 0,000 1 g/ml, par la méthode du pycnomètre (voir 5.1.4.3) ou par une autre méthode convenable, par exemple à l'aide d'aréomètres. Faire, si nécessaire, la correction de poussée de l'air (voir chapitre 6). Noter cette masse volumique comme la masse volumique du flotteur et répéter l'opération pour chaque flotteur. S'il est souhaitable de mettre tous les flotteurs ensemble dans le liquide, les calibrer tour à tour, en commençant par le moins dense.

En variante, calculer la masse volumique du mélange liquide dans lequel le flotteur reste stationnaire à partir des volumes des liquides utilisés, en prenant soin d'effectuer les corrections pour la contraction des fluides.

5.4.4.2 Préparation de la colonne à gradient de densité

5.4.4.2.1 Placer le tube en verre gradué dans le bain thermostatisé (5.4.1.2) maintenu à $t \pm 0,1$ °C. Choisir une combinaison convenable de liquides (5.4.2) de préférence d'après le tableau de l'annexe, de façon que la sensibilité résultante de la colonne ne soit pas inférieure à 0,001 g/ml par centimètre de longueur de tube. Des gammes de masses volumiques satisfaisantes pour une colonne sont, par exemple, de 0,001 g/ml à 0,1 g/ml. Les parties extrêmes, inférieure et supérieure, du tube ne doivent pas être utilisées, et les lectures faites en dehors de la partie calibrée ne doivent pas être relevées.

5.4.4.2.2 Plusieurs méthodes de préparation du gradient peuvent être utilisées, y compris la suivante :

Monter l'appareil tel qu'il est représenté à la figure, en utilisant des récipients de même taille. Choisir ensuite une quantité appropriée de deux liquides convenables, préalablement désaérés avec soin en les chauffant avec précaution ou par application du vide. Le volume de liquide utilisé dans le mélangeur (récipient 2 indiqué sur la figure) doit être au moins égal à la moitié du volume total désiré dans le tube à gradient (voir note 1).

Verser une masse appropriée du liquide le moins dense dans le récipient 2 de dimensions convenables, et commencer à agiter au moyen d'un agitateur magnétique. Ajuster la vitesse d'agitation de façon que la surface du liquide n'ait pas trop de remous. Verser une masse égale du produit le moins dense dans le récipient 1. Veiller à ce qu'il n'y ait pas d'air dispersé dans le liquide.

Utiliser le liquide le moins dense pour amorcer le siphon (5.4.1.6), qui devrait être équipé d'un embout capillaire à sa sortie pour régulariser le courant; puis libérer le courant liquide vers le tube à gradient de densité. Remplir le tube jusqu'à la graduation supérieure désirée. (Voir note 2.)

Laisser reposer la colonne à gradient de densité ainsi préparée durant au moins 24 h.

NOTES

1 Calculer la masse volumique, ρ_2 , du liquide de départ dans le récipient 2 (voir la figure) pour préparer un gradient désiré, à l'aide de l'équation

$$\rho_2 = \rho_{\max} - \frac{2(\rho_{\max} - \rho_{\min})V_2}{V}$$

où

ρ_{\min} est la limite inférieure de la masse volumique recherchée, choisie pour être de 0,01 g/ml plus légère que la masse volumique du flotteur en verre le plus léger, calibré pour le tube à gradient considéré;

ρ_{\max} est la limite supérieure de la masse volumique recherchée et de la masse volumique du liquide de départ dans le récipient 1, choisie pour être de 0,005 g/ml plus élevée que la masse volumique du flotteur en verre le plus lourd, calibré pour le tube à gradient considéré;

V est le volume total nécessaire dans le tube à gradient de densité;

V_2 est le volume du liquide de départ dans le récipient 2.

2 La préparation d'une colonne à gradient de densité convenable peut demander de 1 à 1½ h ou plus, selon le volume nécessaire dans le tube à gradient de densité.

5.4.4.2.3 Pour chaque 25 cm de longueur du tube, plonger au moins cinq flotteurs propres et calibrés, couvrant la gamme effective de la colonne, dans le solvant le moins dense utilisé pour la préparation de la colonne à gradient de densité, et les ajouter au tube. Si l'on observe que les flotteurs se regroupent et ne s'éparpillent pas de façon égale dans le tube, rejeter la solution et recommencer l'opération.

En variante, placer les flotteurs dans le tube, immédiatement après la préparation de la colonne. Si les flotteurs paraissent se regrouper et ne pas s'éparpiller de façon égale dans le tube, rejeter la solution et recommencer l'opération.

Boucher le tube et le conserver dans le bain thermostatisé durant 24 à 48 h. À la fin de cette période, mesurer, à 1 mm près, les distances séparant les flotteurs du fond du tube et tracer une courbe représentant la masse volumique des flotteurs en fonction de leurs distances. La courbe ainsi obtenue doit

- a) être monotone;
- b) ne pas présenter de discontinuité;
- c) ne pas présenter plus d'un point d'inflexion.

Dans le cas contraire, la solution doit être rejetée.

NOTE — Les colonnes à gradients de densité demeurent normalement stables pendant plusieurs mois. Une vérification quotidienne du calibrage initial révélera le moment où l'instabilité est atteinte.

5.4.4.3 Mesurage de la masse volumique

Mouiller trois échantillons représentatifs à l'aide du moins dense des deux liquides utilisés dans le tube à gradient de densité et les placer doucement dans ledit tube. Laisser le tube et les échantillons atteindre l'équilibre, ce qui demande 10 min ou plus. Des films de moins de 0,05 mm d'épaisseur nécessitent au moins 1½ h pour se stabiliser. Il est recommandé de vérifier les échantillons de films après plusieurs heures.

NOTES

- 1 Un fil métallique fin, manipulé avec précaution, convient pour éliminer les bulles d'air des échantillons.
- 2 Les échantillons anciens peuvent être retirés sans détruire le gradient en retirant doucement un filet métallique attaché à un long fil métallique. Cela peut être réalisé convenablement au moyen d'un mouvement d'horlogerie. Retirer le filet du fond du tube et, après l'avoir nettoyé, le remettre en place au fond du tube. Il est essentiel d'effectuer cette opération à une vitesse suffisamment faible (approximativement 10 mm de longueur de la colonne par minute) afin de ne pas perturber le gradient de densité.

5.4.4.4 Calculs

Les masses volumiques des échantillons peuvent être déterminées graphiquement ou par le calcul, à partir des niveaux auxquels s'équilibrent les échantillons, comme suit :

- a) Tracer une courbe représentant la masse volumique du flotteur en fonction de sa position sur un graphique suffisamment grand pour permettre une lecture précise à ± 0,000 1 g/ml et ± 1 mm. Porter les positions des échantillons sur le graphique et lire leurs masses volumiques correspondantes, ou

- b) Calculer la masse volumique, $\rho_{S,x}$, de l'échantillon par interpolation à l'aide de l'équation

$$\rho_{S,x} = \rho_{F_1} + \frac{(x - y) (\rho_{F_2} - \rho_{F_1})}{z - y}$$

où

ρ_{F_1} et ρ_{F_2} sont les masses volumiques respectives des deux flotteurs calibrés encadrant l'échantillon;

x est la distance de l'échantillon au-dessus d'un niveau arbitraire;

y et z sont les distances respectives (mesurées depuis le même niveau arbitraire) des deux flotteurs en question.

NOTE — Cette méthode ne révèle pas les erreurs de calibrage que la méthode graphique permet de déceler, et peut être appliquée seulement si l'on sait que le calibrage est linéaire dans l'étendue de la gamme en essai.

6 Correction pour la poussée de l'air

Les pesées étant faites dans l'air, les valeurs des « masses apparentes » ainsi obtenues doivent, si nécessaire, être corrigées pour compenser les effets différents de la poussée de l'air sur l'échantillon et sur les poids utilisés. (Cela est le cas si la justesse des résultats doit être comprise entre 0,2 % et 0,05 %.)

La masse réelle, m_T , est calculée à l'aide de l'équation

$$m_T = m_{APP} \left(1 + \frac{0,001 2}{\rho_{S,t}} - \frac{0,001 2}{\rho_L} \right)$$

où

m_{APP} est la masse apparente;

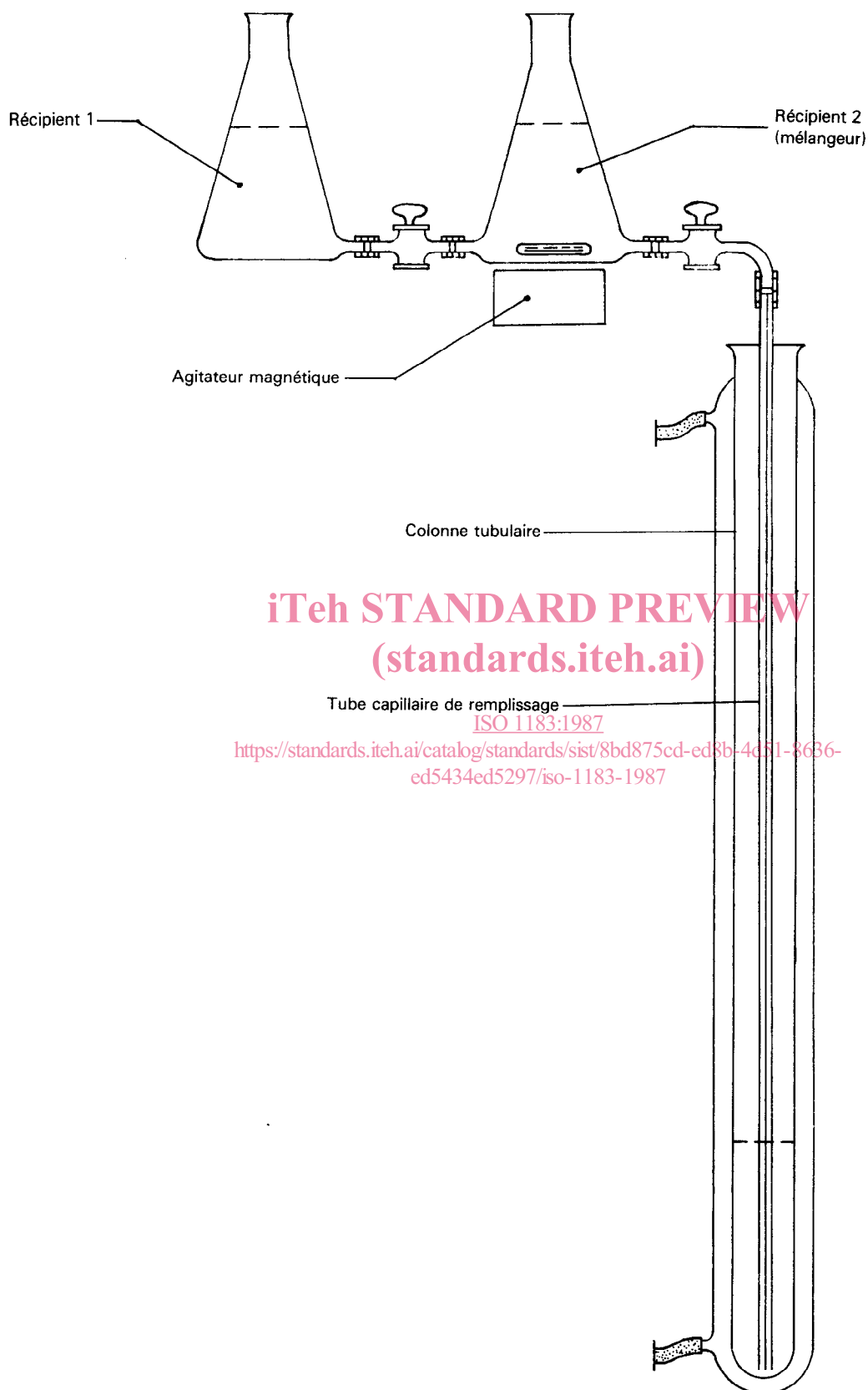
$\rho_{S,t}$ est la masse volumique de l'échantillon;

ρ_L est la masse volumique des poids utilisés.

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 de la matière soumise à l'essai;
- c) méthode utilisée (A, B, C ou D);
- d) valeurs individuelles et moyenne arithmétique de la masse volumique ($\rho_{S,t}$ ou $\rho_{S,x}$), en kilogrammes par mètre cube, en grammes par centimètre cube ou en grammes par millilitre, ou densité relative ($d_{12}^{(1)}$) et nature du matériau de référence.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Tube capillaire de remplissage

[ISO 1183:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bd875cd-ed8b-4d51-8636-ed5434ed5297/iso-1183-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8bd875cd-ed8b-4d51-8636-ed5434ed5297/iso-1183-1987>

Figure — Appareil pour la préparation de la colonne à gradient de densité