

61

NORME INTERNATIONALE **ISO** 1218



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

Matières plastiques — Polyamides — Détermination du « point de fusion »

Plastics — Polyamides — Determination of “melting point”

Première édition — 1975-06-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1218:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42c7d53d-d017-4ffd-984a-419ba90be605/iso-1218-1975>

CDU 678.675 : 536.421.1

Réf. n° : ISO 1218-1975 (F)

Descripteurs : matière plastique, résine thermoplastique, résine polyamide, essai, essai thermique, point de fusion.

Prix basé sur 6 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 61 a examiné la Recommandation ISO/R 1218 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1218-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1218 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Nouvelle-Zélande
Allemagne	Finlande	Pays-Bas
Australie	France	Pologne
Autriche	Grèce	Roumanie
Belgique	Hongrie	Suède
Brésil	Inde	Suisse
Bulgarie	Iran	Tchécoslovaquie
Canada	Israël	Turquie
Corée, Rép. dém. p. de	Italie	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	Yougoslavie

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1218 en Norme Internationale :

Canada
Royaume-Uni

Matières plastiques — Polyamides — Détermination du « point de fusion »

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes de détermination du « point de fusion » des polyamides.

Le « point de fusion » est une température définie arbitrairement, comprise en fait dans l'intervalle de fusion qui, pour les homopolymères, s'étend sur quelques degrés seulement. La détermination du « point de fusion » est cependant utile pour la caractérisation des polyamides homopolymères. Elle l'est moins pour celle des copolymères, lesquels peuvent avoir un intervalle de fusion beaucoup plus large.

Les deux méthodes de détermination décrites dans la présente Norme Internationale donnent des résultats peu dispersés et très voisins d'une méthode à l'autre. Des méthodes différentes de celles décrites dans ce document peuvent donner des résultats très différents.

MÉTHODE A — CHAMBRE CHAUFFANTE AVEC TUBE CAPILLAIRE

2 PRINCIPE

Détermination de la température à laquelle est constaté visuellement le changement d'état d'une prise d'essai de polyamide placée dans un tube capillaire à l'intérieur d'une chambre chauffante.

3 PRODUITS

Étalons :

3.1 Bismuth, pur pour analyse, point de fusion 271,3 °C.

3.2 Étain, pur pour analyse, point de fusion 231,9 °C.

3.3 Composés purs convenables, de point de fusion connu.

4 APPAREILLAGE

4.1 Appareil de fusion constitué par les éléments suivants (voir figure 1) :

- bloc métallique cylindrique évidé à sa partie supérieure de façon à constituer une chambre;
- bouchon métallique, percé d'au moins deux trous, permettant l'introduction d'un thermomètre et d'au moins un tube capillaire, monté sur le bloc métallique (a);

c) système de chauffage du bloc métallique (a), réalisé, par exemple, à l'aide d'une résistance électrique noyée dans la masse du bloc;

d) rhéostat pour le réglage de la puissance de chauffe dans le cas de chauffage électrique;

e) quatre fenêtres, en verre résistant à la chaleur, disposées suivant deux axes diamétraux perpendiculaires sur les parois latérales de l'enceinte. Devant l'une de ces fenêtres est fixé un oculaire destiné à l'observation du tube capillaire. Les trois autres fenêtres sont destinées à l'éclairage intérieur de l'enceinte au moyen de lampes.

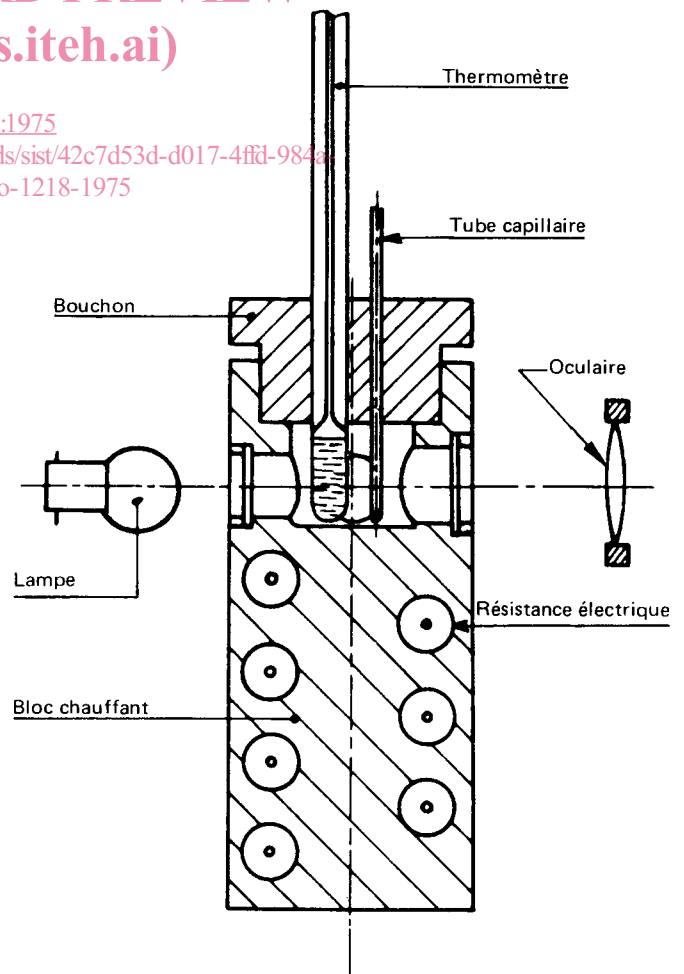


FIGURE 1 — Appareil de fusion à tube capillaire (Méthode A)

4.2 Tube capillaire en verre résistant à la chaleur, de diamètre extérieur maximal 2 mm, fermé à l'une des extrémités.

4.3 Thermomètre de précision, gradué de 20 à 300 °C à intervalles de 1 °C.

5 PRISE D'ESSAI

5.1 Prélever, dans la résine polyamide, à l'aide d'une lame de rasoir, une lamelle de matière de 5 mm de longueur et l'introduire dans le tube capillaire.

5.2 Pour un polyamide donné, deux prises d'essai suffisent généralement.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Avant la première utilisation de l'appareil et en cas de changement de thermomètre, étalonner l'appareil en suivant le mode opératoire décrit de 6.2 à 6.7, mais en utilisant, au lieu de la prise d'essai de polyamide, un ou plusieurs des produits étalons appropriés indiqués au chapitre 3, dont les points de fusion sont voisins de la zone des points de fusion à mesurer ou encadrent cette zone.

6.2 Introduire le thermomètre dans l'emplacement prévu à cet effet sur l'appareil.

6.3 Introduire le tube capillaire, contenant la prise d'essai, dans l'appareil et mettre ce dernier en régime de chauffe à la puissance maximale.

6.4 Lorsque la température est inférieure d'environ 10 °C au point de fusion prévu, agir sur le rhéostat de manière à réduire l'élévation de température à $2 \pm 0,5$ °C par minute.

6.5 Allumer les lampes d'éclairage de l'appareil.

6.6 Observer la prise d'essai et noter la température, indiquée par le thermomètre, à laquelle se produit la fusion de la prise d'essai. La température de fusion est la température à laquelle les arêtes vives de la matière s'arrondissent.

6.7 Répéter les opérations décrites ci-dessus en utilisant une deuxième prise d'essai. Si l'écart entre les deux déterminations est supérieur à 5 °C, rejeter les résultats et recommencer sur deux nouvelles prises d'essai.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Indiquer comme «point de fusion» la moyenne arithmétique des températures obtenues selon 6.6 sur les deux prises d'essai

7.2 Si, lors de l'étalonnage (à l'aide d'étain, de bismuth ou de tout autre étalon dont le point de fusion est connu), il a été constaté un écart supérieur à 1 °C par rapport au point de fusion théorique du produit étalon, une correction de même valeur doit être apportée au résultat obtenu pour les prises d'essai.

NOTE — Le «point de fusion» des polyamides étant une température conventionnelle qu'il suffit de connaître à 0,5 °C près, une correction ne sera pas nécessaire, à moins d'une différence notable entre les lectures. Cependant, si les valeurs obtenues pour le produit étalon différaient de plus de 5 °C des valeurs théoriques, il serait nécessaire de revoir l'appareillage.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

a) spécifications nécessaires à l'identification complète de l'échantillon, telles que type, provenance, numéro de code du fabricant, nom commercial, etc.;

b) référence à la méthode utilisée (en l'occurrence : Méthode A de la présente Norme Internationale);

c) «point de fusion» obtenu conformément aux prescriptions du chapitre 7;

d) toutes conditions susceptibles d'avoir agi sur le résultat;

e) date de l'essai.

ISO 1218-1975
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42c7d53d-d017-4ff3-984a-419ba90bc605/iso-1218-1975>

MÉTHODE B — BLOC CHAUFFANT

9 PRINCIPE

Détermination de la température à laquelle est constaté visuellement le déplacement d'un ménisque d'huile de silicone emprisonné entre un plan chauffé et une mince lame de verre couvre-objet supportée par la prise d'essai de polyamide.

10 PRODUITS

Étalons :

10.1 Bismuth, pur pour analyse, point de fusion 271,3 °C.

10.2 Étain, pur pour analyse, point de fusion 231,9 °C.

10.3 Composés purs convenables, de point de fusion connu.

Huile :

10.4 Huile de silicone (par exemple : Dow 510 ou tout autre type équivalent).

11 APPAREILLAGE

11.1 Appareil de fusion constitué par les éléments suivants (voir figure 2) :

- a) bloc en aluminium comportant un plan d'appui horizontal ainsi qu'une cavité cylindrique horizontale permettant le logement d'un thermomètre, de telle manière que le réservoir du thermomètre se trouve au-dessous et proche du plan d'appui;
- b) dispositif de chauffage électrique incorporé au bloc en aluminium a);
- c) rhéostat pour le réglage de la puissance absorbée;
- d) loupe de grossissement 3X à 5X;
- e) lampe d'éclairage avec collimateur;

f) avec certains appareils, un couvercle additionnel transparent en verre peut être utilisé en vue de réduire les pertes calorifiques.

11.2 Thermomètre de précision, gradué de 20 à 300 °C, à intervalles de 1 °C.

11.3 Laine d'argent.

11.4 Verres couvre-objet circulaires d'environ 18 mm de diamètre.

11.5 Microtome ou tout autre moyen permettant d'obtenir des coupes minces, par exemple une lame de rasoir.

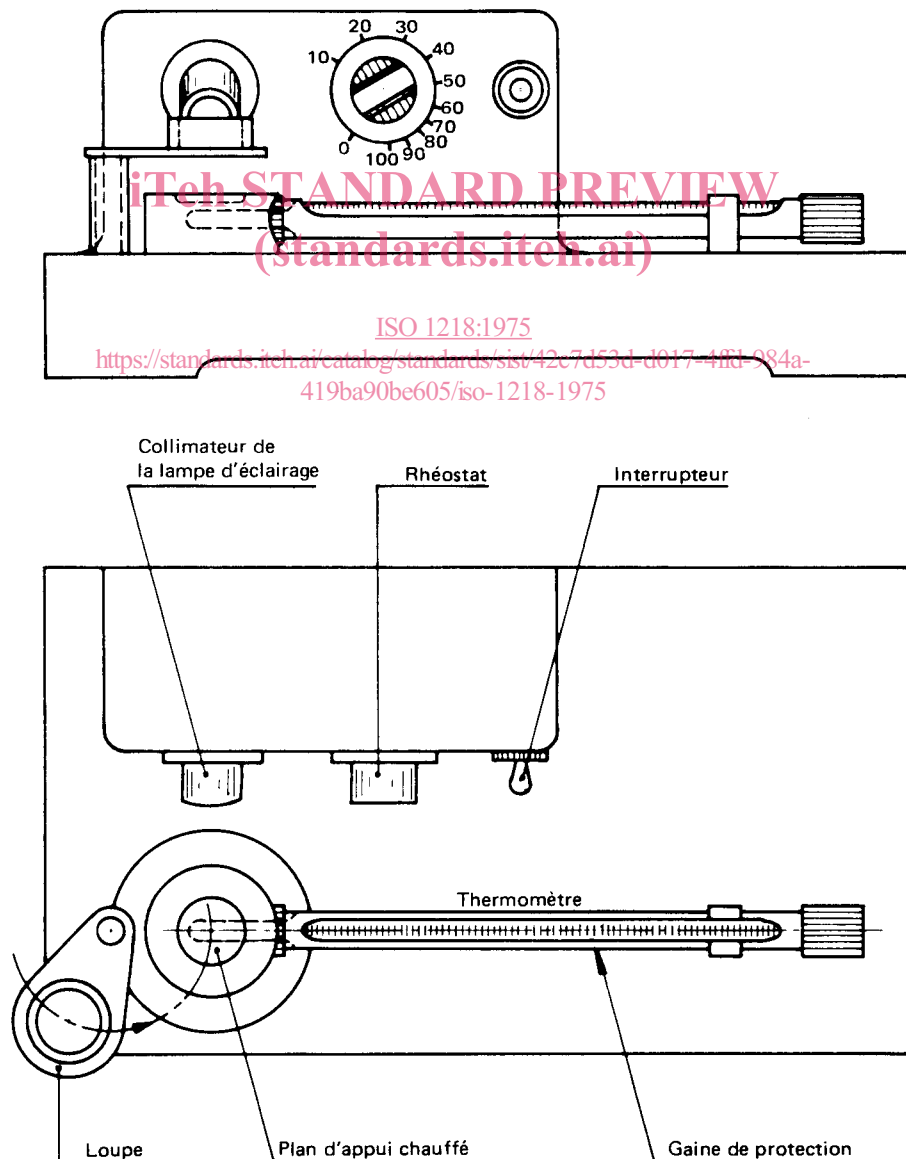


FIGURE 2 — Appareil à bloc chauffant (Méthode B)

11.6 Tamis de 800 μm d'ouverture de maille.

11.7 Tamis de 630 μm d'ouverture de maille.

11.8 Poinçon permettant de découper des disques d'environ 1,6 mm de diamètre (voir figure 3).

11.9 Aiguille de dissection à bout plié.

12 PRISE D'ESSAI

12.1 Les résultats obtenus étant sensiblement influencés par la granulométrie du polyamide essayé, utiliser toujours des échantillons à granulométrie approximativement constante.

12.2 L'échantillon s'obtient par tamisage de la partie poudreuse, presque toujours présente dans les polyamides; utiliser des grains, passant au travers du tamis de 800 μm (11.6) mais retenus par le tamis de 630 μm (11.7).

12.3 À défaut de polyamide en poudre, couper, à l'aide du microtome (11.5), une lamelle d'environ 0,1 mm d'épaisseur. Dans cette lamelle, découper au poinçon (11.8) quelques disques d'environ 1,6 mm de diamètre et diviser chacun de ceux-ci en quatre parties à l'aide de la lame de rasoir (11.5). Utiliser l'un de ces quarts comme prise d'essai.

12.4 Pour un polyamide donné, utiliser deux prises d'essai.

13 MODE OPÉRATOIRE

13.1 Avant sa première utilisation, et en cas de changement de thermomètre, étalonner l'appareil en suivant le mode opératoire décrit de 13.2 à 13.10, mais en utilisant, au lieu de la prise d'essai de polyamide, un ou plusieurs des produits étalons appropriés indiqués au chapitre 10, dont

les points de fusion sont voisins de la zone des points de fusion à mesurer ou encadrent cette zone. Prendre soin d'interposer un verre couvre-objet (11.4) entre le grain métallique et le plan d'appui du bloc chauffant, dans le cas d'utilisation de produits étalons métalliques. Cette précaution n'est pas nécessaire avec les échantillons de polyamide, car les températures de fusion obtenues avec ou sans ce verre sont pratiquement identiques.

Effectuer un essai pour chaque étalon.

13.2 Introduire le thermomètre (11.2), en remplissant l'espace vide entre le réservoir et les parois de son logement au moyen de la laine d'argent.

13.3 Déposer 3 gouttes d'huile de silicone (10.4) sur le plan de chauffage du bloc en aluminium (11.1 a)).

13.4 Placer la prise d'essai dans l'huile.

13.5 Poser une lamelle couvre-objet sur la prise d'essai, de manière qu'elle soit supportée par celle-ci et maintenue en position légèrement inclinée (voir figure 4). L'huile ne doit pas être en contact avec la totalité de la surface de la lamelle couvre-objet, mais former un ménisque dépassant légèrement la prise d'essai.

NOTE Si l'appareil comporte un couvercle additionnel en verre (11.1 f)), recouvrir le dispositif à l'aide de celui-ci.

13.6 Chauffer le bloc (11.1 a)), en réglant le rhéostat (11.1 c)) de manière à produire une augmentation rapide de la température.

13.7 Lorsque la température est inférieure d'environ 20 °C au point de fusion prévu, agir sur le rhéostat de manière à réduire l'élévation de température à 2 ± 1 °C par minute.

13.8 Allumer la lampe d'éclairage (11.1 e)) de l'appareil.

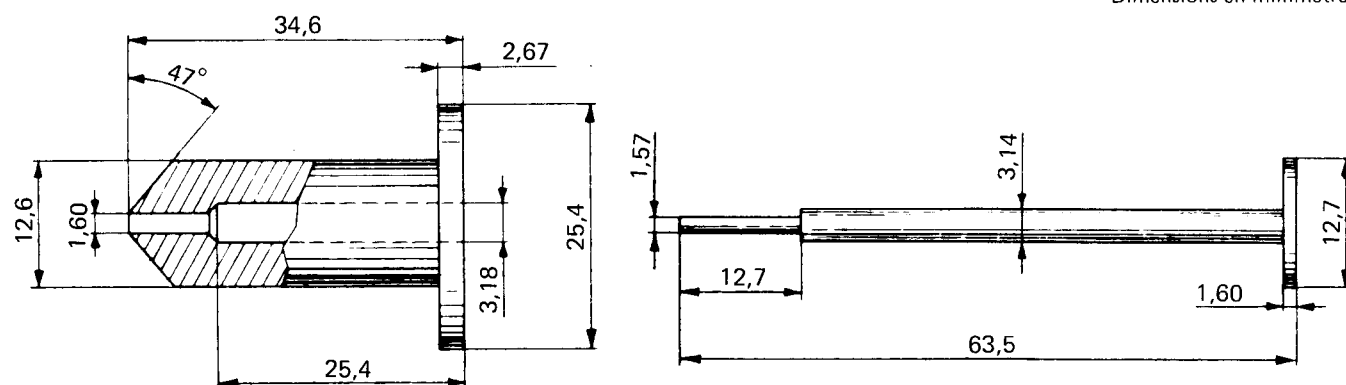


FIGURE 3 – Poinçon pour le découpage des disques (Méthode B)

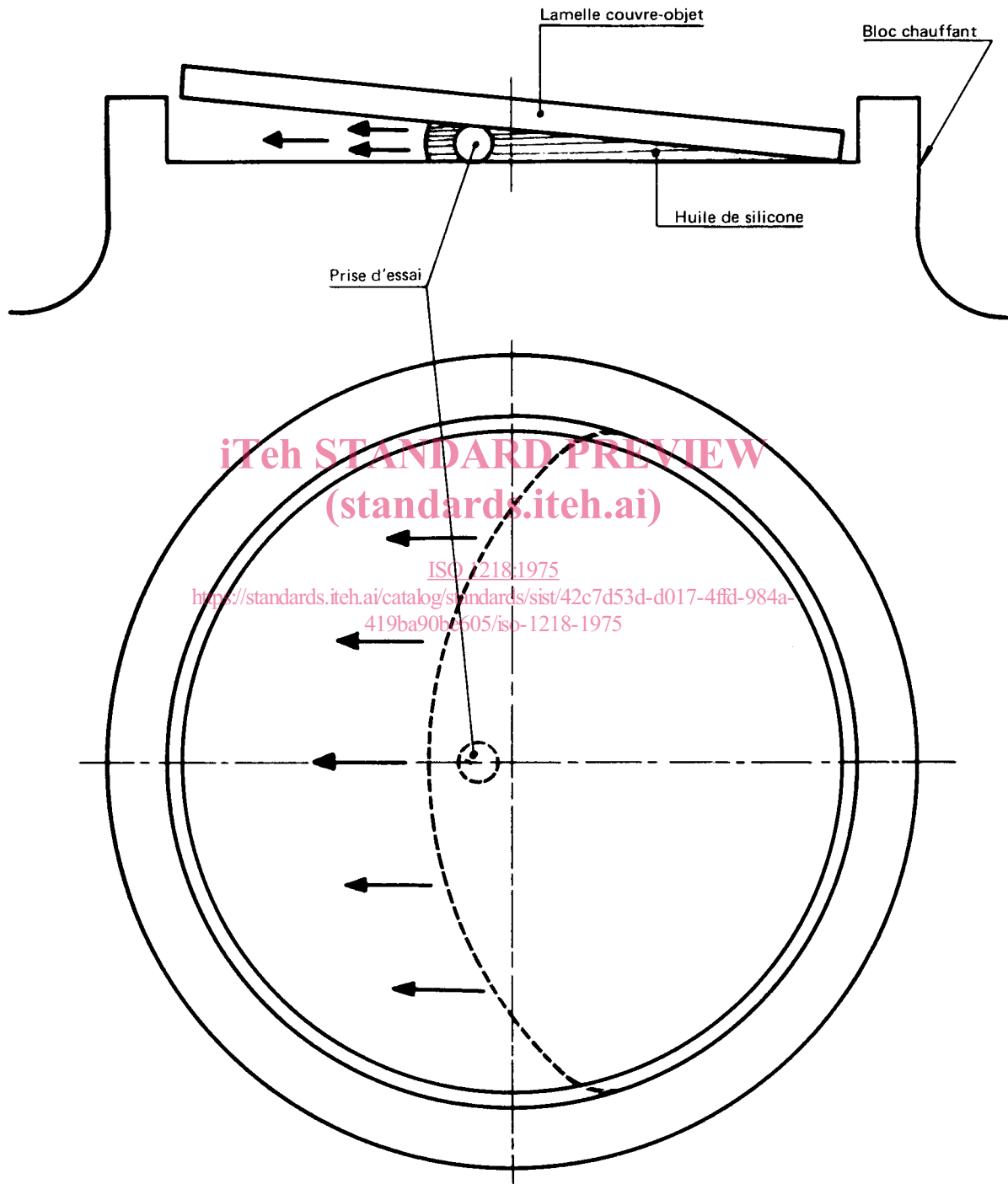


FIGURE 4 – Disposition de la prise d'essai dans l'appareil à bloc chauffant (Méthode B)

13.9 À la température de fusion, le verre couvre-objet n'étant plus supporté par la prise d'essai, le ménisque d'huile de silicone commence à se déplacer sous le verre.

NOTE – Un mode opératoire facultatif peut être utilisé. Il consiste, à proximité de la température de fusion prévue, et à chaque degré, à faire très largement pression sur le verre, au moyen de l'aiguille (11.9), tout en observant continuellement l'échantillon à travers la loupe (11.1 d)).

13.10 Lire, à 0,5 °C près, la température à laquelle commence ce déplacement.

13.11 Répéter les opérations décrites ci-dessus en utilisant une deuxième prise d'essai. Si l'écart entre les deux déterminations est supérieur à 5 °C, rejeter les résultats et recommencer sur deux nouvelles prises d'essai.

14 EXPRESSION DES RÉSULTATS

14.1 Indiquer comme «point de fusion» la moyenne arithmétique des températures obtenues comme indiqué en 13.10 sur les deux prises d'essai.

14.2 Si, lors de l'étalonnage effectué conformément à 13.1, il a été constaté un écart supérieur à 1 °C par rapport au point de fusion théorique du produit étalon, une

correction de même valeur doit être apportée au résultat obtenu pour les prises d'essai.

NOTE – Le «point de fusion» des polyamides étant une température conventionnelle qu'il suffit de connaître à 0,5 °C près, une correction ne sera pas nécessaire, à moins d'une différence notable entre les lectures. Cependant, si les valeurs obtenues pour le produit étalon différaient de plus de 5 °C des valeurs théoriques, il serait nécessaire de revoir l'appareillage.

15 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) spécifications nécessaires à l'identification complète de l'échantillon, telles que type, provenance, numéro de code du fabricant, nom commercial, etc.;
- b) référence à la méthode utilisée (en l'occurrence Méthode B de la présente Norme Internationale);
- c) «point de fusion» obtenu, conformément aux prescriptions du chapitre 14;
- d) toutes conditions susceptibles d'avoir agi sur le résultat;
- e) date de l'essai.