

C E T E S B

DETERMINAÇÃO DA MASSA ESPECÍFICA DE POLIETILENO
DE ALTA DENSIDADE E DE POLIPROPILENO
Método de Ensaio

T5.566

SUMÁRIO

	Página
1 Objetivo.....	1
2 Referências.....	1
3 Aparelhagem.....	1
4 Execução do ensaio.....	2
5 Resultados.....	5
Anexo A.....	9

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método de ensaio para a determinação da massa específica de Polietileno de Alta Densidade e de Polipropileno.

1.2 A escolha do método para a determinação da massa específica regula-se pela tolerância da repetibilidade e comparabilidade.

2 REFERÊNCIAS

2.1 Na aplicação desta Norma pode ser necessário consultar:

- a) WEAST, Robert C. ed. Handbook of chemistry and physics. 58 ed. Cleveland, Ohio, CRC, 1977. p. D220.

3 APARELHAGEM

3.1 Balança analítica com precisão de 0,1 mg, (Método A e B).

3.2 Areômetro (densímetro) com escala de 0,0005 g/cm³, (Método A).

3.3 Líquido de imersão, tais como: etanol, metanol, etc., (Métodos A, B e C).

3.4 Fio de suspensão, com diâmetro menor ou igual a 0,125 mm, (Método A).

3.5 Bêquer com um volume de aproximadamente 100 ml, (Método A).

3.6 Picnômetro, (Método B).

3.7 Aparelho de medição de massa específica com uma ou mais colunas (gradiente de densidade) tipo "Davenport" ou similar, (Método C).

4 EXECUÇÃO DO ENSAIO

4.1 Método A - Método de imersão

4.1.1 Corpos de prova

4.1.1.1 Cortar da amostra, três corpos de prova com as seguintes dimensões aproximadas: 40 mm de comprimento, 20 mm de largura, 4 mm de espessura e com um peso aproximado de 3 gramas.

4.1.1.2 Este corte deve ser feito de tal maneira que não haja tensão de pressão sobre o corpo de prova.

4.1.1.3 A superfície da amostra deve ser lisa, livre de orifícios, rebarbas e outras imperfeições.

4.1.1.4 Furar uma das extremidades do corpo de prova para permitir a passagem do fio de suspensão. O diâmetro de furo deve ser tal que não proporcione formação de bolhas de ar.

4.1.2 Líquido de imersão

Para a determinação da massa específica deve ser escolhido um líquido que não decomponha, dissolva ou dilua o corpo de prova e cuja massa específica seja menor que 0,900 g/cm³ e contendo até 1% de agente humectante.

O líquido de imersão deve ser condicionado a uma temperatura de 23 ± 2°C.

4.1.3 Procedimento

4.1.3.1 O corpo de prova deve ser condicionado pelo menos durante uma hora a temperatura de 23 ± 2°C.

4.1.3.2 Determinar a massa m_1 do fio de suspensão, com uma precisão de 0,1 mg.

4.1.3.3 Determinar a massa m_2 do conjunto formado pelo corpo de prova e pelo fio de suspensão, com uma precisão de 0,1 mg.

4.1.3.4 Determinar a massa específica do líquido de imersão (ρ líquido) a temperatura de 23 ± 2°C utilizando o areômetro.

4.1.3.5 Colocar o líquido de imersão no béquer.

4.1.3.6 Imergir o conjunto no béquer contendo o líquido de imersão. Deve-se tomar cuidado para que o corpo de prova não toque as paredes do recipiente.

4.1.3.7 Determinar a massa m_3 do conjunto formado pelo corpo de prova e fio de suspensão imersos.

4.2 Método B - Método do picnômetro

4.2.1 Corpo de prova

4.2.1.1 Devem ser ensaiados no mínimo três (3) corpos de prova de cada amostra sendo que sua massa deve estar entre 0,02 g a 0,1 g e suas dimensões devem ser tais que permitam a sua total introdução no líquido de imersão.

4.2.2 Líquido do ensaio

4.2.2.1 Deve ser escolhido um líquido que não decomponha, dissolva ou dilua o corpo de prova, com massa específica menor que $0,900 \text{ g/cm}^3$ e contendo até 1% de agente umectante.

4.2.2.2 Deve estar a uma temperatura de $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

4.2.3 Procedimento

4.2.3.1 O corpo de prova deve ser condicionado, pelo menos, 1 hora a temperatura de $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

4.2.3.2 Determinar a massa do picnômetro, vazio, seco e limpo, com precisão de 0,1 mg. Seja m_a essa massa.

4.2.3.3 Colocar o corpo de prova no picnômetro e determinar a massa do conjunto com precisão de 0,1 mg. Seja m_b essa massa.

4.2.3.3 O picnômetro com o corpo de prova deve ser preenchido com o líquido de ensaio até a marca do anel de medida. Em seguida determinar a massa do conjunto com precisão de 0,1 mg. Seja m_c essa massa.

4.2.3.5 Retirar o corpo de prova do picnômetro.

4.2.3.6 Preencher o picnômetro com o líquido de ensaio até a marca do anel de medida, e determinar a massa do conjunto com precisão de 0,1 mg. Seja m_d essa massa.

4.3 Método C - Gradiente de densidade

4.3.1 Corpos de prova

4.3.1.1 Devem ser retirados três (3) corpos de prova com arestas de 3 a 6 mm.

4.3.1.2 Os cortes devem ser feitos de tal maneira que não altere a massa específica do material devido a tensão de pressão sobre o corpo de prova.

4.3.1.3 A superfície da amostra deve ser lisa, livre de orifícios, rebarbas e outras imperfeições.

4.3.2 Líquidos de ensaio

4.3.2.1 Devem ser escolhidos pares apropriados de líquidos entre si que não decompõem, dissolvam ou diluam o corpo de prova como, por exemplo:

TABELA 1 - Pares de densidade

Pares de líquidos	Zona de densidade (g/cm ³)
Etanol - água	0,79 a 1
Metanol - água	0,80 a 1

4.3.2.2 Devem estar à temperatura de $23 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

4.3.3 Preenchimento da coluna gradiente de densidade

4.3.3.1 O dispositivo que vai encher a coluna gradiente é construída de acordo com a Figura ou de outro modo, desde que produza o mesmo resultado.

4.3.3.2 Quantidade suficiente dos líquidos do par apropriado, segundo o parágrafo 4.3.2.1, são preparados e desgaseficados por vácuo ou por um agente humectante na proporção de 0,1% cuja densidade seja menor que o do corpo de prova.

4.3.3.3 A escolha dos pares baseia-se nas indicações apresentadas no parágrafo 4.3.2.1 e da zona de densidade pretendida no tubo gradiente de densidade. A densidade ρ_B do líquido mais denso corresponde ao limite máximo dessa zona. Para a obtenção de um gradiente de densidade relativamente linear, os volumes dos dois líquidos devem ser iguais entre si e do mesmo valor que o usado para encher o tubo gradiente.

4.3.3.4 A densidade ρ_A do líquido menos denso é calculada pela seguinte equação:

$$\rho_A = \rho_N - \frac{\Delta\rho}{2}$$

onde: ρ_N = densidade mais baixa da zona pretendida
 $\Delta\rho$ = intervalo de densidade pretendida

4.3.3.5 Após o cálculo das massas específica ρ_A e ρ_B , obter as proporções dos líquidos de ensaio, em tabelas de propriedades físico-químicas, tais como no "Handbook of Chemistry and Physics".

4.3.3.6 O líquido mais denso, a uma temperatura de $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ é colocado no frasco B e o de menor massa específica no frasco A, também à mesma temperatura. O tubo de ligação entre os dois frascos é provido de uma torneira. O tubo de saída do frasco B para a coluna é provida, também, de uma torneira, e deve ser capilar de maneira que o enchimento da coluna leve um intervalo de tempo de no mínimo 60 minutos.

4.3.3.7 O frasco A é provido de um misturador magnético.

4.3.3.8 Abrir a torneira 1, e aguardar pelo menos 10 minutos para permitir o estabelecimento do equilíbrio hidrostático.

4.3.3.9 Acionar o misturador magnético à uma velocidade tal que não provoque o aparecimento de bolhas de ar no interior do frasco e logo após, abrir a torneira 2.

4.3.3.10 Após o preenchimento do tubo gradiente de densidade colocar cuidadosamente os flutuadores no interior da coluna, mediante uma cesta, a fim de não quebrar o equilíbrio da coluna.

4.3.3.11 Após alcançado o equilíbrio dos flutuadores preparar um gráfico relacionando as massas específicas dos flutuadores de vidro calibrados e as alturas medidas entre o eixo de cada flutuador em relação a escala do tubo gradiente.

NOTA: Antes da introdução na coluna, os flutuadores deverão ser umedecidos no líquido de menor densidade entre aqueles do par de líquidos utilizado.

4.3.3.12 Passado o intervalo de tempo de 24 horas, verificar a linearidade, do gráfico. Caso não for verificada a linearidade, a coluna deve ser refeita.

4.3.4 Procedimento

4.3.4.1 Umedecer o corpo de prova no líquido de menor densidade entre aquelas do par de líquidos utilizado.

4.3.4.2 Colocar, cuidadosamente, o corpo de prova na coluna e aguardar que o mesmo se estabilize na camada do líquido correspondente à sua densidade.

NOTA: Observar se houve ou não formação de bolhas de ar junto ao corpo de prova. Em caso afirmativo o ensaio deverá ser refeito.

4.3.4.3 Efetuar as leituras correspondentes dos flutuadores e do corpo de prova.

5 RESULTADOS

5.1 Método A - Método de imersão

5.1.1 Calcular a massa do corpo de prova, em g.

$$M_{cp} = m_2 - m_1$$

5.1.2 Calcular a massa do volume do líquido deslocado em g.

$$M_L = m_2 - m_3$$

5.1.3 Calcular a massa específica ρ_{23° , em g/cm³, com aproximação de décimos de milésimos.

$$\rho_{23^\circ} = \frac{M_{cp}}{M_L} \times \rho_{líquido}$$

5.1.4 O valor da massa específica ρ_{23° , da amostra é a média aritmética dos três resultados individuais obtidos.

5.1.5 A repetibilidade dos resultados deve estar na faixa de $\pm 0,001$ g/cm³.

5.1.6 A comparabilidade dos resultados quando o ensaio for realizado em laboratórios distintos, deve estar na faixa de $\pm 0,002$ g/cm³.

5.1.7 Relatório, do certificado devem constar as seguintes informações.

5.1.7.1 Designação do produto.

5.1.7.2 Os valores individuais das massas específicas obtidas dos três corpos de prova, em g/cm³.

5.1.7.3 O valor da média aritmética da massa específica, em g/cm³.

5.1.7.4 Data do ensaio.

5.1.7.5 Temperatura do ensaio, em °C.

5.1.7.6 Líquido de imersão utilizado.

5.2 Método B - Método do picnômetro

5.2.1 Calcular a massa específica $\rho_{23^{\circ}}$ da seguinte maneira:

$$\rho_{23^{\circ}} = \frac{m_1 \cdot m_2}{(m_2 - m_3 - m_1) \cdot V}$$

onde: $\rho_{23^{\circ}}$ = massa específica em g/cm³, com aproximação de décimos de milésimos

m_1 = ($m_b - m_a$), em g

m_2 = ($m_d - m_a$), em g

m_3 = ($m_c - m_b$), em g

V = volume do picnômetro, em cm³

5.2.2 Repetibilidade dos resultados deve estar na faixa de $\pm 0,0005$ g/cm³.

5.2.3 Comparabilidade dos resultados quando o ensaio for realizado em laborat^orios distintos deve estar na faixa de 0,0007 g/cm³.

5.2.4 Relatório, devem constar as seguintes informações.

5.2.4.1 Designação do produto.

5.2.4.2 Os valores individuais das massas específicas obtidas dos três (3) corpos de prova, em g/cm³.

5.2.4.3 Temperatura do ensaio, em °C.

5.2.4.4 Líquido de imersão utilizado.

5.2.4.5 Data do ensaio.

5.3 Método C - Gradiente de densidade

5.3.1 A massa específica da mostra é calculada pela seguinte expressão:

$$\rho = \rho_1 + \frac{\rho_2 - \rho_1}{l_1} \cdot l_2$$

onde: ρ = massa específica da amostra, em g/cm³

ρ_1 = massa específica do flutuador de vidro acima da amostra, em g/cm³

ρ_2 = massa específica do flutuador de vidro abaixo da amostra, em g/cm³

l_1 = distância dos flutuadores de vidro correspondentes a ρ_1 e ρ_2 , medidos na graduação da coluna

l_2 = distância entre a amostra e o flutuador superior, medido na graduação da coluna

Repetibilidade: $0,0003 \text{ g/cm}^3$

Comparabilidade: $0,0005 \text{ g/cm}^3$

5.3.2 Relatório, do certificado devem constar as seguintes informações.

5.3.2.1 Designação do produto.

5.3.2.2 Tipo, forma e posição de retirada da amostra.

5.3.2.3 Número de amostra;

5.3.2.4 Temperatura de ensaio.

5.3.2.5 Par de líquidos de ensaio.

5.3.2.6 Resultado individual.

5.3.2.7 Data do ensaio.

/Anexo A

ANEXO A

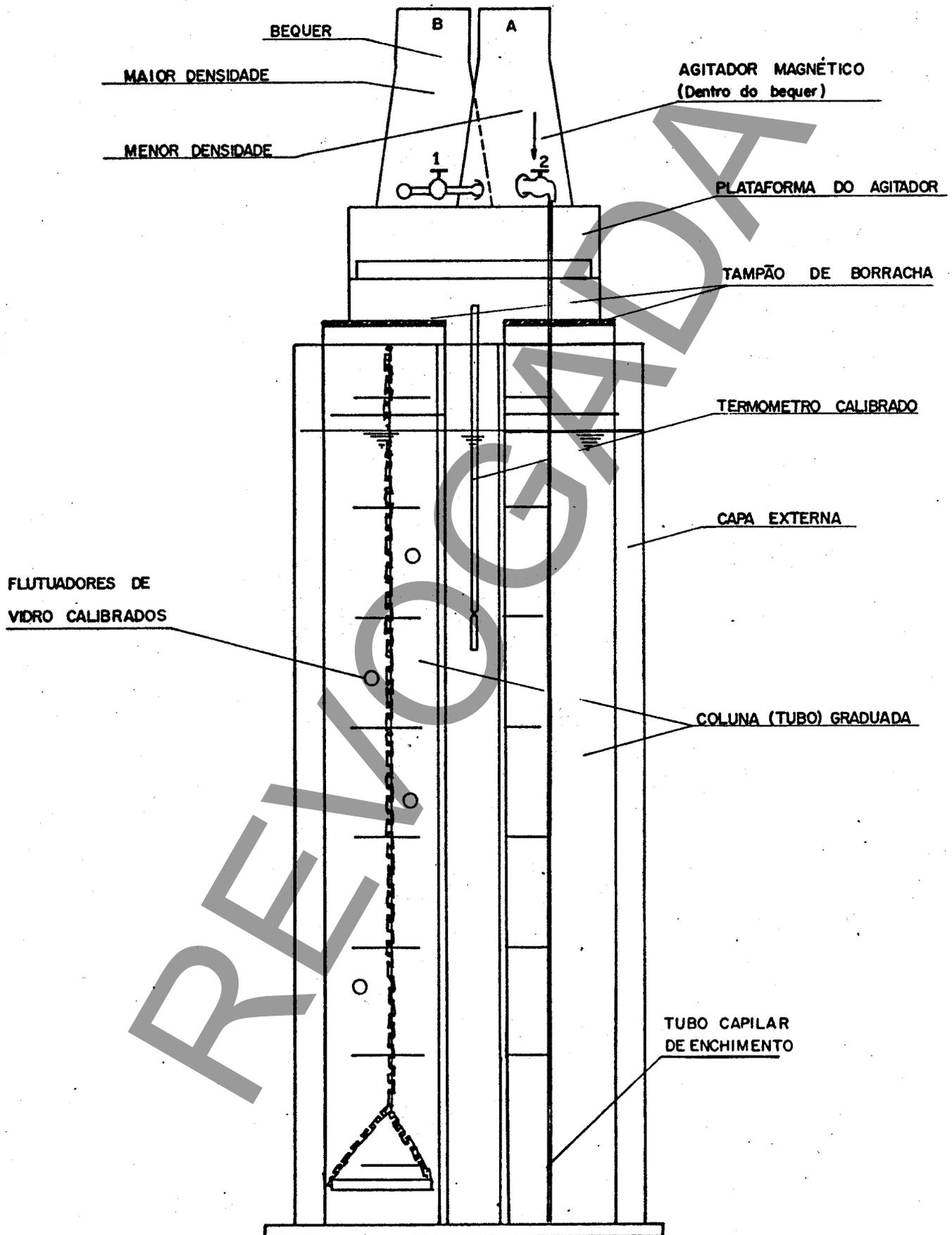


FIGURA 1 - Coluna gradiente de densidade