

NORME INTERNATIONALE

ISO
960

Première édition
1988-08-15



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

Plastiques — Polyamides (PA) — Détermination de la teneur en eau

Plastics — Polyamides (PA) — Determination of water content

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 960:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6474f449-b3d4-4f85-aa9e-089c9945c8cc/iso-960-1988>

Numéro de référence
ISO 960:1988 (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 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 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.

La Norme internationale ISO 960 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6474f449-b3d4-4f85-aa9e-089c9945c8cc/iso-960-1988>

Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 960 : 1969, dont elle constitue une révision technique.

Plastiques — Polyamides (PA) — Détermination de la teneur en eau

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour la détermination de la teneur en eau des polyamides (PA) et copolyamides tels que granulés et pièces. Les méthodes sont applicables pour la détermination de la teneur en eau à partir de 0,01 % (*m/m*). Lors de la transformation des PA, la teneur en eau joue un rôle important; il est nécessaire qu'elle soit faible pour prévenir la dégradation. Par ailleurs, on utilise ces méthodes pour déterminer le taux d'humidité des éprouvettes et produits finis.

1.2 Quatre méthodes alternatives sont prescrites dans la présente Norme internationale.

La **méthode A** est une méthode par extraction au moyen de méthanol anhydre et dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer. Elle est applicable aux granulés de dimensions maximales 4 mm × 4 mm × 3 mm et peut être utilisée pour tous les polyamides et copolyamides.

La **méthode B** est une méthode d'extraction par fusion sous vide et dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer. Elle peut s'appliquer aux granulés ou aux morceaux provenant d'objets moulés, mais n'est pas applicable aux poudres fines (de granulométrie inférieure à 400 µm). Pour les faibles teneurs en eau [inférieures à 0,1 % (*m/m*)] et pour les déterminations précises, il est nécessaire de faire une correction correspondant à l'eau de polycondensation¹⁾. Cette méthode n'est pas recommandée si, au cours du dosage, en raison d'une variation de masse moléculaire, de l'eau additionnelle est formée ou de l'eau préexistante se trouve liée, à moins qu'un facteur de correction approprié puisse être appliqué.

La **méthode C** est une méthode d'extraction par dissolution dans un mélange de méthyl-3 phénol et de toluène et dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer. Elle donne des résultats voisins de ceux obtenus par la méthode A. Elle a l'avantage d'être applicable aux granulés et poudres de toutes tailles et aux produits finis avec une légère réduction, ou sans réduction de leur dimension.

NOTE — Les trois méthodes A, B et C diffèrent dans le procédé d'isolation de l'eau qui est déterminée, dans les trois cas, par la méthode de Karl Fischer.

La **méthode D** est une méthode manométrique. La teneur en eau est déterminée par l'augmentation de pression après évaporation de l'eau sous vide. La méthode ne peut pas être utilisée pour les polyamides polymérisés avec des acides forts.

1.3 La méthode C est la méthode de référence.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 760: 1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

ISO 3146: 1985, *Plastiques — Détermination du comportement à la fusion (température de fusion ou plage de température de fusion) des polymères semi-cristallins*.

3 Méthode A — Extraction au moyen de méthanol anhydre

3.1 Principe

Extraction d'une prise d'essai par le méthanol anhydre et dosage de l'eau extraite par la méthode de Karl Fischer.

3.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

3.2.1 Méthanol anhydre, contenant moins de 0,1 % (*m/m*) d'eau.

1) Voir KLINE, G.M. Analytical Chemistry of polymers. *Intersc. Pub.*, Part 1, p. 282 (1958).

3.2.2 Réactif de Karl Fischer (voir 6.2).

3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.3.1 Flacons en verre, de 250 ml de capacité, munis de bouchons en verre rodés ou en caoutchouc.

3.3.2 Fioles coniques de titrage, de 150 ml de capacité, à col rodé normalisé, munies de bouchons en verre rodés.

3.3.3 Réfrigérants à reflux, munis de joints rodés, adaptables aux fioles (3.3.2) et aux tubes (3.3.4).

3.3.4 Tubes droits à chlorure de calcium ou autres moyens de séchage convenables, droits, munis de joints rodés.

3.3.5 Moyens de chauffage des fioles (3.3.2), électrique, par air chaud ou par tout autre moyen approprié.

3.3.6 Pipettes à remplissage automatique, de 50 ml de capacité (voir figure 1).

3.3.7 Flacons tubulés de Woolf, à deux tubulures.

3.3.8 Tubes à chlorure de calcium, courbés ou en U.

3.3.9 Poire en caoutchouc.

3.3.10 Pipette, de 10 ml de capacité.

3.3.11 Dessiccateur, garni de chlorure de calcium ou autre produit convenable.

3.3.12 Balance, précise à 0,2 mg.

3.3.13 Appareillage pour le dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer, conforme aux prescriptions de l'ISO 760.

3.4 Préparation de l'échantillon pour essai

3.4.1 Granulés

Placer un échantillon représentatif d'environ 100 g dans un flacon en verre (3.3.1), parfaitement sec. Boucher immédiatement le flacon soit avec un bouchon en verre rodé, soit avec un bouchon en caoutchouc.

NOTE — Il est souhaitable de présécher le récipient dans une étuve et de le laisser refroidir en présence d'un absorbant d'eau convenable, par exemple du gel de silice.

3.4.2 Articles finis

Couper ou scier l'échantillon en morceaux de quelques millimètres de dimension. Procéder rapidement pour réduire au mini-

mum la reprise d'humidité atmosphérique. Conserver l'échantillon pour essai comme indiqué en 3.4.1.

3.5 Nombre d'essais

Effectuer deux déterminations par échantillon. Opérer sur des prises d'essai de 10 à 15 g, selon la teneur présumée en eau.

3.6 Mode opératoire

3.6.1 Sécher soigneusement l'appareillage.

3.6.2 Peser la prise d'essai, à 1 mg près, dans une fiole conique de titrage (3.3.2), que l'on ferme avec son bouchon en verre rodé; soit m la masse, en grammes, de cette prise d'essai. Mesurer 50 ml de méthanol anhydre (3.2.1) au moyen d'une pipette à remplissage automatique (3.3.6) et les introduire dans la fiole conique contenant la prise d'essai. En même temps, introduire 50 ml de méthanol anhydre dans une autre fiole conique pour l'essai à blanc. Boucher les fioles. Maintenir les fioles dans le dessiccateur (3.3.11) en attendant la suite de l'essai.

3.6.3 Déboucher les fioles et les raccorder rapidement aux réfrigérants à reflux (3.3.3) munis, à leur sommet, de leur tube droit à chlorure de calcium (3.3.4). Faire bouillir à reflux, durant 3 h, le contenu des fioles coniques et les laisser refroidir ensuite, durant 45 min, jusqu'à la température ambiante. Séparer les fioles des réfrigérants et les boucher rapidement. Les placer dans le dessiccateur.

3.6.4 Titrer le contenu de chaque fiole avec le réactif de Karl Fischer, comme indiqué dans l'article 6.

4 Méthode B — Extraction par fusion sous vide

4.1 Principe

Fusion sous vide d'une prise d'essai à une température d'environ 30 °C au-dessus du point de fusion de la résine et dosage de l'eau recueillie par la méthode de Karl Fischer.

4.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.2.1 Méthanol anhydre, contenant moins de 0,1 % (m/m) d'eau.

4.2.2 Réactif de Karl Fischer (voir 6.2).

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.1 Unité de fusion sous vide, capable de maintenir une pression inférieure à 500 Pa^{*)}. Une unité à quatre directions, donnée à titre d'exemple (voir figure 2), est constituée par les éléments suivants.

4.3.1.1 Bloc chauffant, constitué par un cylindre en aluminium, calorifugé, muni d'un collier chauffant électrique, d'une puissance d'environ 800 W et de 160 mm de hauteur. La température du cylindre est réglée à environ 30 °C au-dessus du point de fusion de la résine, déterminé selon la méthode prescrite dans l'ISO 3146, et cette température est maintenue à 5 °C près. Ce cylindre, de 200 mm de hauteur et 160 mm de diamètre, comporte un trou central pour la mise en place d'un thermomètre (ou d'autres dispositifs pour le mesurage de la température) et quatre logements, de 170 mm de longueur et 25 mm de diamètre, régulièrement disposés par rapport à son axe vertical.

4.3.1.2 Quatre pièges (P), réalisés à partir de tubes de verre en U de 6 mm × 8 mm conformément à la figure 2. Ces pièges sont plongés dans un vase de Dewar d'une capacité de 1 litre, qui contient un mélange de méthanol ou d'acétone et de glace carbonique (permettant d'atteindre une température d'environ - 78 °C).

4.3.1.3 Tuyau à vide en caoutchouc.

4.3.1.4 Deux robinets en verre, à une voie, (R₁ et R₂), par direction.

4.3.1.5 Quatre tubes (A), de 22 mm de diamètre et 220 mm de longueur totale (tube plus joint), en verre résistant à la chaleur, munis de joints rodés 24/40, pouvant contenir les tubes à essais (4.3.2) et disposés dans les logements prévus dans le cylindre.

4.3.1.6 Quatre raccords (B) en verre résistant à la chaleur, munis de joints rodés mâles 24/40.

4.3.2 Quatre tubes à essais, en verre, de 16 mm de diamètre et 160 mm de longueur, pour contenir les prises d'essai.

4.3.3 Appareil permettant d'obtenir, dans les pièges, une pression inférieure à 500 Pa.

4.3.4 Manomètre, permettant de mesurer la pression indiquée en 4.3.3.

4.3.5 Flacons en verre, de 250 ml de capacité, munis de bouchons en verre rodés ou en caoutchouc.

4.3.6 Fioles coniques de titrage, de 150 ml de capacité, à col rodé normalisé, munies de bouchons en verre rodés.

4.3.7 Burette automatique, de 10 ml de capacité.

4.3.8 Étuve à air, réglable à une température au moins égale à 100 °C.

4.3.9 Dessiccateurs, pouvant contenir toute la verrerie nécessaire au dosage.

4.3.10 Balance, précise à 0,2 mg.

4.3.11 Appareillage pour le dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer, conforme aux prescriptions de l'ISO 760.

4.4 Préparation de l'échantillon pour essai

4.4.1 Granulés

Placer un échantillon représentatif d'environ 100 g dans un flacon en verre (4.3.5), parfaitement sec. Boucher immédiatement le flacon soit avec un bouchon en verre rodé, soit avec un bouchon en caoutchouc.

NOTE — Il est souhaitable de présécher le récipient dans une étuve et de le laisser refroidir en présence d'un absorbant d'eau convenable, par exemple du gel de silice.

4.4.2 Articles finis

Couper ou scier l'échantillon en morceaux de quelques millimètres de dimension. Procéder rapidement pour réduire au minimum la reprise d'humidité atmosphérique. Conserver l'échantillon pour essai comme indiqué en 4.4.1.

4.5 Nombre d'essais

Effectuer deux déterminations par échantillon. Opérer sur des prises d'essai de

- 10 g, si la teneur présumée en eau est inférieure à 0,5 % (m/m);
- 2 g, si la teneur présumée en eau est supérieure à 0,5 % (m/m).

4.6 Mode opératoire

4.6.1 Suivant l'unité de fusion sous vide (4.3.1) dont on dispose, on peut réaliser une ou, simultanément, plusieurs déterminations différentes. Dans le cas de l'appareil décrit à titre d'exemple en 4.3, suivre le mode opératoire indiqué ci-après. Pour un autre appareillage, le suivre au mieux en prenant les mêmes précautions générales.

4.6.2 Sécher les accessoires en verre nécessaires pour le dosage dans l'étuve (4.3.8), puis les laisser refroidir dans les dessiccateurs (4.3.9).

*) 500 Pa = 5 mbar ≈ 4 mmHg

4.6.3 Peser la prise d'essai, à 1 mg près, dans un tube à essai (4.3.2) taré; soit m la masse, en grammes, de cette prise d'essai. Fermer le tube à essai avec un bouchon en caoutchouc parfaitement sec et le remettre dans le dessiccateur.

4.6.4 Placer le piège (P) dans le circuit et l'introduire dans le vase de Dewar. Faire le vide dans le piège jusqu'à moins de 500 Pa, en reliant l'appareil à vide (4.3.3) à l'extrémité du tube, et en ouvrant le robinet (R_2), le robinet (R_1) étant fermé. Attendre 5 min de façon que le piège soit à une température d'environ -78 °C. Placer le tube à essai, après avoir enlevé son bouchon, dans un tube rodé (A). Fermer le tube rodé (A) avec son raccord en verre (B) et le raccorder au piège par l'intermédiaire de caoutchouc à vide et du robinet (R_1). Ouvrir le robinet (R_1) et vérifier, par lecture au manomètre (4.3.4), que la pression est inférieure à 500 Pa.

4.6.5 Placer le tube rodé pour une période de 30 min dans le bloc chauffant préalablement porté à la température nécessaire (environ 30 °C au-dessus du point de fusion, déterminé selon la méthode prescrite dans l'ISO 3146), l'appareil à vide fonctionnant toujours. Fermer les robinets (R_2) et (R_1), arrêter l'appareil à vide. Sortir le tube rodé du bloc chauffant et le débrancher. Retirer le piège du vase de Dewar et le laisser reprendre la température ambiante en gardant les deux robinets (R_1) et (R_2) fermés. Essuyer soigneusement l'extérieur du piège et le déconnecter des tuyaux à vide.

4.6.6 Introduire l'une des extrémités du piège dans une fiole de titrage (4.3.6) et ajouter 10 ml de méthanol anhydre (4.2.1) par l'autre extrémité, au moyen de la burette automatique (4.3.7). L'évacuation, par rinçage, de l'eau contenue dans le piège doit s'effectuer rapidement, en prenant soin de balayer avec le méthanol toutes les parois du tube. Retirer le piège de la fiole et la boucher immédiatement. Titrer le contenu de la fiole avec le réactif de Karl Fischer, comme indiqué dans l'article 6.

4.6.7 Effectuer un essai à blanc sur 10 autres millilitres de méthanol anhydre (4.2.1).

5 Méthode C — Extraction par dissolution dans un mélange de méthyl-3 phénol et de toluène

5.1 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans un mélange bouillant de méthyl-3 phénol et de toluène, et dosage de l'eau contenue dans la solution par la méthode de Karl Fischer.

NOTE — L'addition de toluène au méthyl-3 phénol abaisse la température d'ébullition et évite l'oxydation.

5.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.2.1 Méthyl-3 phénol anhydre, contenant moins de 0,015 % (m/m) d'eau.

5.2.2 Toluène anhydre, contenant moins de 0,005 % (m/m) d'eau.

5.2.3 Méthanol anhydre, contenant moins de 0,05 % (m/m) d'eau.

5.2.4 Réactif de Karl Fischer (voir 6.2).

5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.3.1 Flacons en verre, de 250 ml de capacité, munis de bouchons en verre rodés ou en caoutchouc.

5.3.2 Fiole conique de titrage, de 250 ml de capacité, à col rodé normalisé, munie d'un bouchon en verre rodé.

5.3.3 Réfrigérant à reflux, muni de joints rodés, adaptable à la fiole (5.3.2) et au tube (5.3.4).

5.3.4 Tube à gel de silice, chlorure de calcium anhydre, ou autre moyen de séchage convenable.

5.3.5 Moyen de chauffage, électrique, par air chaud ou tout autre moyen approprié.

5.3.6 Burettes graduées, de 100 ml de capacité.

5.3.7 Pipette, de 10 ml de capacité.

5.3.8 Balance, précise à 0,2 mg.

5.3.9 Pierre ponce en morceaux.

5.3.10 Appareillage pour le dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer, conforme aux prescriptions de l'ISO 760.

5.4 Préparation de l'échantillon pour essai

Placer un échantillon représentatif d'environ 100 g dans un flacon en verre (5.3.1), parfaitement sec. Boucher immédiatement le flacon soit avec un bouchon en verre rodé, soit avec un bouchon en caoutchouc.

NOTE — Il est souhaitable de présécher le récipient dans une étuve et de le laisser refroidir en présence d'un absorbant d'eau convenable, par exemple du gel de silice.

5.5 Nombre d'essais

Effectuer deux déterminations par échantillon. Opérer sur des prises d'essai de 2 à 10 g, selon la teneur présumée en eau.

5.6 Mode opératoire

5.6.1 Sécher soigneusement l'appareillage.

5.6.2 Peser la prise d'essai, à 1 mg près, dans la fiole conique de titrage (5.3.2); soit m la masse, en grammes, de cette prise d'essai. Introduire rapidement dans la fiole, en utilisant les burettes graduées (5.3.6), 90 ml de méthyl-3 phénol anhydre (5.2.1) et 60 ml de toluène anhydre (5.2.2), et ajouter la pierre ponce en morceaux (5.3.9). Relier la fiole au réfrigérant à reflux (5.3.3), préalablement rincé avec le méthanol anhydre (5.2.3) et protégé à l'extrémité supérieure contre l'humidité atmosphérique au moyen d'un tube à chlorure de calcium, par exemple. Chauffer la fiole conique de titrage jusqu'à ébullition du solvant et jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai, ce qui demande 30 min à 2 h. Laisser refroidir l'appareil jusqu'à la température ambiante et rincer le réfrigérant, par le sommet, avec 10 ml de méthanol anhydre (5.2.3), mesurés au moyen de la pipette (5.3.7). Débrancher la fiole de titrage et la boucher immédiatement. Titrer le contenu de la fiole avec le réactif de Karl Fischer, comme indiqué dans l'article 6.

5.6.3 Effectuer un essai à blanc sur des volumes de méthyl-3 phénol, de toluène et de méthanol égaux aux volumes respectivement utilisés en 5.6.2.

6 Détermination de la teneur en eau par la méthode de Karl Fischer

6.1 Principe

Dosage de la totalité de l'eau, extraite par l'une des méthodes A, B ou C, par titrage avec le réactif de Karl Fischer conformément à l'ISO 760.

6.2 Réactif

Réactif commercial de Karl Fischer, avec un facteur d'équivalence d'environ 5 mgH₂O/ml. Alternativement, préparer le réactif et vérifier son facteur d'équivalence comme indiqué dans l'ISO 760.

6.3 Détermination

Effectuer le dosage avec la solution d'essai et la solution d'essai à blanc obtenues en 3.6, 4.6 ou 5.6.

6.4 Expression des résultats

6.4.1 La teneur en eau pour chacune des deux déterminations, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(V_1 - V_2)T}{m} \times 100$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de réactif de Karl Fischer utilisé pour le dosage;

V_2 est le volume, en millilitres, de réactif de Karl Fischer utilisé pour l'essai à blanc;

T est l'équivalent en eau du réactif de Karl Fischer, exprimé en grammes d'eau par millilitre de réactif (voir 6.2);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

6.4.2 Les deux résultats individuels ne doivent pas différer de plus de 0,02 % (m/m) en valeur absolue ou de plus de 10 % en valeur relative, en retenant le plus grand. Dans le cas où la différence est plus grande, répéter les déterminations jusqu'à ce que deux valeurs consécutives correspondant à ces conditions soient obtenues, et écarter les résultats inacceptables.

6.4.3 Le résultat doit être exprimé comme la moyenne de ces deux déterminations, arrondie au 0,01 % (m/m) le plus proche.

7 Méthode D — Méthode manométrique

7.1 Principe

Chauffage d'une prise d'essai à une température prescrite dans un espace clos sous vide poussé, assurant ainsi l'évaporation complète de l'eau. Mesurage de l'augmentation de pression qui en résulte à laquelle la teneur en eau est proportionnelle. Calcul de la teneur en eau par référence à un facteur de calibrage calculé en utilisant un hydrate à teneur connue en eau, tel que le molybdate de sodium dihydraté, qui perd son eau dans les conditions de l'essai.

7.2 Réactif

Molybdate de sodium, dihydraté (Na₂MoO₄·2H₂O), de qualité analytique reconnue.

NOTE — D'autres hydrates qui perdent leur eau de cristallisation dans les conditions de l'essai, tels que le chlorure de barium dihydraté (BaCl₂·2H₂O), peuvent également être utilisés.

7.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.3.1 Appareil de mesure

L'appareil de mesure représenté schématiquement à la figure 3 est recommandé. Il consiste en un système entièrement en verre avec des raccords étanches au vide, de préférence en forme de joints sphériques. Les ballons (A) et (B) ont des volumes de 0,5 litre ± 0,05 litre et au moins 1 litre respectivement. Les ballons sont raccordés à un tube (C) qui est lui-même relié, à l'une de ses extrémités, à une jauge (D) pour le mesurage des vides poussés et, à l'autre extrémité, à un adaptateur à robinet d'arrêt (E) pour la fixation du tube à échantillon. Le tube (C) comporte un raccord à robinet d'arrêt (F) qui le relie à une pompe à vide, et est équipé d'un robinet d'arrêt (G) servant à isoler les deux ballons. Des deux côtés du robinet (G), le tube est relié, par l'intermédiaire de déflecteurs (H) et de valves d'arrêt (K), à un tube manométrique à huile (L), en forme de U, dont les branches ont une longueur d'au moins 350 mm. Le tube à échantillon (M) doit être en verre résistant à la chaleur. Dans une même série de tubes à échantillons, la différence entre les volumes ne doit pas dépasser 5 ml.

NOTES

1 L'utilisation d'un appareil de conception différente est autorisée, à condition que les exigences de répétabilité mentionnées en 7.7.2 soient respectées.

2 Une huile de silicone convient pour remplir le manomètre.

7.3.2 Dispositif de chauffage

Un four électrique ou tout autre dispositif convenable peut être utilisé pour chauffer le tube à échantillon à la température spécifiée. Le montage de l'équipement doit, de préférence, être tel qu'il permette une installation et un démontage faciles du dispositif de chauffage.

7.4 Préparation de l'échantillon pour essai

7.4.1 Granulés

Remplir rapidement un récipient sec avec un échantillon représentatif de la matière à soumettre à l'essai et le fermer immédiatement pour réduire au minimum la reprise d'humidité atmosphérique.

NOTE — Il est souhaitable de présécher le récipient dans une étuve et de le laisser refroidir en présence d'un absorbant d'eau convenable, par exemple du gel de silice.

7.4.2 Articles finis

Couper ou scier l'échantillon en morceaux de quelques millimètres de dimension. Procéder rapidement pour réduire au minimum la reprise d'humidité atmosphérique. Conserver l'échantillon pour essai comme indiqué en 7.4.1.

7.5 Nombre d'essais

Effectuer deux déterminations. Choisir la masse de la prise d'essai de façon à obtenir une différence de pression d'au moins 50 mm d'huile.

NOTE — Si les volumes des ballons (A) et (B) sont respectivement de 0,5 litre ± 0,05 litre et au moins 1 litre, la masse recommandée de la prise d'essai peut être prise dans le tableau 1.

Tableau 1

Teneur présumée en eau, <i>w</i> % (m/m)	Masse de la prise d'essai, <i>m</i> g
$w > 1$	$0,5 > m > 0,2$
$1 > w > 0,5$	$1 > m > 0,5$
$0,5 > w > 0,2$	$2,5 > m > 1$
$0,2 > w > 0,1$	$4 > m > 2,5$
$0,1 > w$	$m > 5$

7.6 Mode opératoire

7.6.1 Vérification de l'étanchéité de l'appareil

Fixer à l'appareil un tube à échantillon (M) sec et vide, qui n'aura pas besoin d'être chauffé pendant la vérification. Tourner le robinet d'arrêt (E) pour relier le tube à échantillon (M) au tube (C) et tourner le robinet d'arrêt (G) pour relier les ballons (A) et (B).

Faire le vide dans le système jusqu'à une pression inférieure à 100 Pa*) et fermer les robinets d'arrêt (F) et (G). Après 1 h, véri-

fier que la pression est encore inférieure à 100 Pa et que la différence de pression indiquée par le manomètre est inférieure à 2 mm d'huile. Si ces exigences ne sont pas tenues, chercher les fuites et répéter l'essai.

Faire des vérifications aussi fréquentes que nécessaire pour s'assurer de l'étanchéité durant les déterminations.

NOTE — Quand on remplace l'huile du manomètre, il peut être nécessaire de faire le vide de l'appareil pendant quelques heures pour dégazer la nouvelle huile.

7.6.2 Détermination

7.6.2.1 Peser rapidement dans un tube à échantillon sec, à 1 mg près, une prise d'essai comme indiqué dans le tableau 1, et fixer le tube à l'appareil. Ouvrir les robinets d'arrêt (E) et (G) pour relier le tube (M) à l'appareillage. Tourner le robinet d'arrêt (F) pour relier le système à la pompe à vide et ouvrir le manomètre à vide. Abaisser la pression de l'ensemble à moins de 100 Pa. Tourner le robinet d'arrêt (F) pour déconnecter l'appareil de la pompe à vide. Fermer le robinet d'arrêt (G).

7.6.2.2 Chauffer le dispositif de chauffage (7.3.2) à la température d'essai. Pour les PA 6, PA 66, PA 69, PA 610 et PA 612, la température d'essai est de 195 °C ± 5 °C; pour les PA 11 et PA 12, la température d'essai est de 170 °C ± 5 °C.

7.6.2.3 Mettre en position le dispositif de chauffage autour du tube à échantillon et chauffer le tube jusqu'à ce que la différence de pression indiquée par le manomètre à huile reste constante à 1 mm près durant 5 min. Enregistrer la différence de pression, en millimètres, indiquée par le manomètre à huile. Couper le chauffage du tube à échantillon, ouvrir le robinet d'arrêt (G) et casser le vide dans le tube à échantillon en tournant le robinet d'arrêt (E) pour relier le tube à l'atmosphère.

Lorsqu'on soumet à l'essai des matériaux en poudre, ouvrir le robinet d'arrêt pour effectuer une mise sous vide lente. Il est recommandé de couvrir la prise d'essai dans le tube par une fine couche de laine de verre. Présécher la laine de verre en étuve, la refroidir et la maintenir en présence d'un absorbant d'eau convenable, par exemple du gel de silice.

NOTE — Pour des échantillons inconnus, de forts taux d'humidité peuvent ne pas être exclus. Dans ce cas, il convient d'observer fréquemment le manomètre dans les premiers instants de la détermination. Si la pression devient trop élevée, ouvrir le robinet d'arrêt (G) et reprendre l'essai avec une prise d'essai plus faible.

7.6.2.4 Si les résultats diffèrent de plus que la valeur prescrite en 7.7.2, chercher les fuites (voir 7.6.1) et recommencer deux autres déterminations.

7.6.3 Calibrage

Ne pas utiliser l'eau, en tant que telle, pour le calibrage car les quantités requises sont trop faibles pour pouvoir être pesées avec une précision suffisante.

*) 100 Pa = 1 mbar ≈ 0,7 mmHg

7.6.3.1 Peser au moins cinq prises d'essai de 30 à 40 mg de molybdate de sodium dihydraté (7.2) et les introduire dans des tubes à échantillons propres et secs. Effectuer les opérations indiquées en 7.6.2 à 200 °C ± 5 °C avec chaque prise d'essai de molybdate de sodium dihydraté.

Chaque fois qu'on utilise un nouveau lot de molybdate de sodium dihydraté, déterminer la teneur en eau, par pesée, après séchage de 1 h à 200 °C et nouvelle pesée.

7.6.3.2 Calculer le facteur de calibrage f — correspondant à la masse, en grammes, d'eau nécessaire pour produire une différence de pression de 1 mm d'huile — à l'aide de la formule

$$\frac{m_1 w_1}{\Delta p}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai de molybdate de sodium dihydraté;

w_1 est la teneur en eau, en grammes par gramme, du molybdate de sodium dihydraté;

Δp est la différence de pression, en millimètres d'huile, indiquée par le manomètre.

Si un hydrate autre que le molybdate de sodium dihydraté est utilisé pour le calibrage, adapter la masse des prises d'essai et la valeur de w_1 en conséquence.

7.6.3.3 Calculer le facteur f comme la moyenne des valeurs obtenues pour les différentes prises d'essai. Dans ce calcul, éliminer les résultats qui s'écartent de plus de 5 % de la moyenne des autres résultats.

7.7 Expression des résultats

7.7.1 La teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{f \Delta p}{m} \times 100$$

où

f est le facteur de calibrage déterminé comme indiqué en 7.6.3;

Δp est la différence de pression, en millimètres d'huile, indiquée par le manomètre;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai de polyamide.

7.7.2 Le résultat doit être exprimé comme la moyenne de deux déterminations, arrondie au 0,01 % (m/m) le plus proche. Les deux résultats individuels ne doivent pas différer de plus de 0,02 % (m/m) en valeur absolue ou de plus de 10 % en valeur relative, en retenant le plus grand.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon soumis à l'essai;
- identification de la méthode utilisée (A, B, C ou D);
- résultats individuels et valeur moyenne, à 0,01 % (m/m) près, des deux déterminations.