

---

---

**Plastiques — Dosage de l'eau**

*Plastics — Determination of water content*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 15512:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7ee4d40-a071-4393-8181-24ed1bfc10e6/iso-15512-1999>



## Sommaire

1	Domaine d'application .....	1
2	Références normatives .....	1
3	Méthode A: Extraction de l'eau au méthanol anhydre .....	2
4	Méthode B: Vaporisation de l'eau .....	4
5	Méthode C: Méthode manométrique.....	8
6	Rapport d'essai .....	12

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15512:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7ee4d40-a071-4393-8181-24ed1bf610e6/iso-15512-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7ee4d40-a071-4393-8181-24ed1bf610e6/iso-15512-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 15512 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15512:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7ee4d40-a071-4393-8181-24ed1bf10e6/iso-15512-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7ee4d40-a071-4393-8181-24ed1bf10e6/iso-15512-1999>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 15512:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d7ee4d40-a071-4393-8181-24ed1bf610e6/iso-15512-1999>

# Plastiques — Dosage de l'eau

## 1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie des méthodes pour le dosage de l'eau dans les plastiques sous forme de granulés ou d'articles finis. Ces méthodes ne contrôlent pas l'absorption d'eau (cinétique et équilibre), cet aspect étant traité dans l'ISO 62. Les méthodes sont applicables à la détermination de teneurs en eau jusqu'aux niveaux aussi bas que les suivants:

- méthode A 0,1 %,
- méthode B 0,01 %,
- méthode C 0,01 %.

La teneur en eau est un facteur important de la mise en œuvre des plastiques pendant laquelle il convient qu'elle reste en dessous du niveau prescrit dans la norme de produit appropriée.

1.2 Trois méthodes possibles sont spécifiées dans la présente Norme internationale.

- a) La **méthode A** consiste en une extraction de l'eau à l'aide de méthanol anhydre puis en un titrage de l'eau extraite par la méthode de Karl Fischer. Elle est applicable aux granulés d'au plus 4 mm × 4 mm × 3 mm et peut être utilisée pour tous les plastiques.
- b) La **méthode B** procède par vaporisation de l'eau à l'aide d'air sec ou d'azote gazeux chauffé puis titrage de l'eau par la méthode de Karl Fischer. Elle est applicable aux granulés de moins de 4 mm × 4 mm × 3 mm et peut être utilisée pour tous les plastiques.
- c) La **méthode C** est une méthode manométrique. Le dosage se fonde sur l'augmentation de pression après évaporation de l'eau sous vide. Cette méthode n'est pas applicable aux échantillons de plastiques contenant des composés volatils, autres que l'eau, en quantité suffisante pour avoir un effet significatif sur la pression de vapeur à température ambiante. Des vérifications de la présence de grandes quantités de composés volatils doivent être faites périodiquement, par exemple par chromatographie en phase gazeuse. Ces vérifications sont particulièrement nécessaires pour les nouveaux types ou les nouvelles qualités de matériaux.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 62, *Plastiques — Détermination de l'absorption d'eau*.

ISO 768:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

### 3 Méthode A: Extraction de l'eau au méthanol anhydre

#### 3.1 Principe

Une prise d'essai est extraite par le méthanol anhydre et l'eau extraite est dosée par la méthode de Karl Fischer.

#### 3.2 Réactifs

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

**3.2.1 Méthanol anhydre**, dont la teneur en eau est inférieure à 0,1 % en masse.

**3.2.2 Réactif de Karl Fischer**, de type commercial, ayant un équivalent en eau d'environ 3 mg/ml à 5 mg/ml.

Il est également possible de préparer le réactif et de vérifier son équivalent en eau comme spécifié dans l'ISO 760.

#### 3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**3.3.1 Flacons en verre**, de 250 ml de capacité, à bouchon en verre rodé ou en caoutchouc.

**3.3.2 Fioles coniques de titrage**, de 150 ml de capacité, à col normal rodé et bouchon en verre rodé.

**3.3.3 Réfrigérants de Soxhlet à reflux**, à col rodé, pouvant être adaptés sur les fioles (3.3.2) et sur les tubes (3.3.4).

**3.3.4 Tubes déshydratants**, contenant du chlorure de calcium ou un autre agent desséchant, à joints rodés.

**3.3.5 Système de chauffage** des fioles (3.3.2), électrique ou à air chaud.

**3.3.6 Pipettes**, de 50 ml de capacité (les pipettes à remplissage automatique sont acceptables).

**3.3.7 Flacons de Woulfe**, à deux tubulures.

**3.3.8 Tubes absorbeurs**, incurvés ou en U, remplis de chlorure de calcium.

**3.3.9 Poire en caoutchouc**.

**3.3.10 Pipette**, de 10 ml de capacité.

**3.3.11 Dessiccateur**, contenant du chlorure de calcium.

**3.3.12 Balance analytique**, précise à 0,2 mg.

**3.3.13 Appareil de Karl Fischer**, pour déterminer la teneur en eau conformément à 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) préalablement séché et fermer le flacon immédiatement au moyen d'un bouchon en verre rodé ou en caoutchouc.

NOTE Il est souhaitable d'étuver le récipient au préalable, puis de le laisser refroidir au-dessus d'un produit absorbant l'eau, par exemple du gel de silice.

##### 3.4.2 Articles finis

Découper l'échantillon au couteau ou à la scie en morceaux à une taille convenable, c'est-à-dire 4 mm × 4 mm × 3 mm au maximum. Procéder rapidement pour réduire le plus possible la reprise d'humidité.

## 3.5 Mode opératoire

### 3.5.1 Précautions

La faible concentration de l'eau dosée exige un soin particulier de tous les instants pour ne pas contaminer l'échantillon par l'eau du flacon d'échantillonnage, de l'atmosphère ou des appareils de transfert. Les échantillons de résine hygroscopique doivent être protégés de l'atmosphère.

### 3.5.2 Préparation des prises d'essai

Effectuer les essais sur deux prises d'essai provenant du même échantillon. Utiliser des prises d'essai contenant 10 mg à 20 mg d'eau en fonction de la teneur présumée en eau de l'échantillon.

### 3.5.3 Dosage

**3.5.3.1** Sécher avec soin l'appareillage.

**3.5.3.2** Peser la prise d'essai à 1 mg près et la transférer dans une fiole conique de titrage; boucher la fiole avec un bouchon en verre rodé (3.3.2). À l'aide d'une des pipettes (3.3.6), ajouter dans la fiole conique contenant la prise d'essai 50 ml de méthanol anhydre (3.2.1). Ajouter simultanément dans une autre fiole conique 50 ml de méthanol anhydre pour faire l'essai à blanc. Boucher les fioles. Conserver les fioles bouchées dans le dessiccateur (3.3.11) en attendant de reprendre l'essai.

**3.5.3.3** Déboucher les fioles et les raccorder rapidement aux réfrigérants de Soxhlet à reflux (3.3.3) raccordés à leur sommet aux tubes contenant le chlorure de calcium (3.3.4). Faire bouillir le contenu des fioles coniques avec reflux pendant 3 h puis les laisser refroidir pendant 45 min jusqu'à la température ambiante. Déconnecter les fioles des réfrigérants de Soxhlet, les reboucher rapidement et les replacer dans le dessiccateur.

**3.5.3.4** Utiliser l'appareil de Karl Fischer (3.3.13) pour titrer le contenu de chaque fiole à l'aide du réactif de Karl Fischer (3.2.2).

## 3.6 Expression des résultats

**3.6.1** Calculer la teneur en eau pour chacun des deux dosages  $w$ , exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation suivante:

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

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;

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

**3.6.2** Les deux valeurs de teneur en eau ne doivent pas différer de plus de la plus grande des deux valeurs suivantes: 10 % en valeur relative ou 0,02 % en valeur absolue. Dans le cas contraire, répéter les mesurages jusqu'à ce que des valeurs consécutives respectent cette condition et rejeter tous les résultats inacceptables.

**3.6.3** Le résultat s'exprime sous la forme d'une moyenne des deux dosages, arrondie au 0,01 % en masse le plus proche.

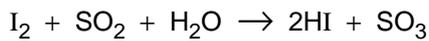
## 3.7 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

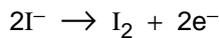
## 4 Méthode B: Vaporisation de l'eau

### 4.1 Principe

Une prise d'essai est pesée puis placée dans un four. Sous l'effet de la chaleur, l'eau est transformée en vapeur et la vapeur d'eau est transférée à l'aide d'un gaz vecteur (azote sec) dans la cuve de titrage. Le titrage de l'eau est fondé sur la réaction coulométrique de Karl Fischer, l'iode étant réduit par le dioxyde de soufre en présence d'eau pour former du trioxyde de soufre et de l'acide iodhydrique:



À la différence de la méthode de Karl Fischer classique où les réactifs contiennent de l'iode, la technique coulométrique génère l'iode de façon électrolytique:



avec un flux électrique de 10,71 C correspondant à 1 mg d'eau selon la loi de Faraday.

### 4.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser exclusivement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de d'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.2.1 Solution anodique**, contenant l'ion iodure, de la pyridine ou une autre base telle que le bipyridyl-propane, l'alkylaminopyridine, l'imidazole ou la diéthanolamine, ainsi que du dioxyde de soufre, du méthanol et des solvants organiques pour former de l'iode dans le mélange réactif.

**4.2.2 Solution cathodique**, contenant des sels, du méthanol et des solvants organiques. À préparer selon les instructions du fabricant de l'équipement.

NOTE Pour les solutions anodique (4.2.1) et cathodique (4.2.2), il est recommandé d'utiliser des réactifs de Karl Fischer de type Hydranal car ces réactifs ne contiennent pas de pyridine, ne sont pas toxiques, sont très stables et n'ont pas mauvaise odeur.

**4.2.3 Solution de neutralisation**, consistant en carbonate de propylène, éther monométhyle de l'éthylène glycol, 2-méthoxy-éthanol ou méthylcellosolve, contenant environ 4 mg d'eau par millilitre.

**4.2.4 Gel de silice**, sous forme de granulés d'environ 2 mm de diamètre, comme agent déshydratant.

**4.2.5 SICAPENT<sup>®1)</sup>, tamis moléculaire ou pentaoxyde de phosphore**, comme agent déshydratant du gaz vecteur.

**4.2.6 Graisse**, contenant peu d'eau et faiblement absorbante vis-à-vis de l'eau, pour lubrifier les joints en verre rodés garantissant l'étanchéité à l'air du système.

**4.2.7 Azote**, à moins de 5 µg d'eau par gramme.

### 4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.3.1 Appareil coulométrique de Karl Fischer**, se composant d'une unité de commande et d'un ensemble de titrage constitué d'une cuve génératrice, d'une cuve à solution cathodique, d'une électrode double en platine et d'un agitateur mécanique (voir Figure 1).

---

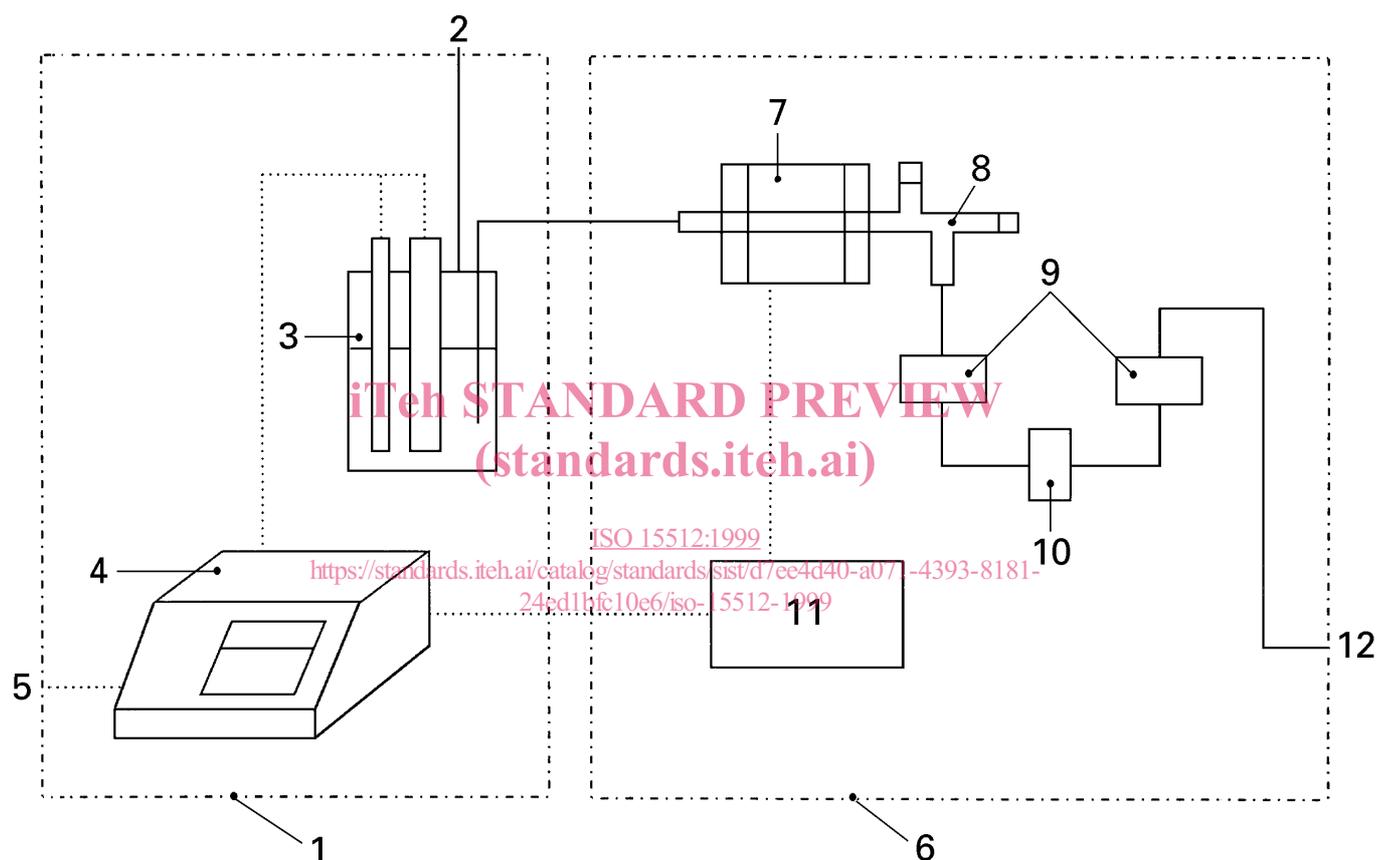
1) SICAPENT<sup>®</sup> est une marque déposée de MERCK.

Cet appareil est conçu pour générer par voie coulométrique l'iode qui va réagir stœchiométriquement avec l'eau présente dans la cuve. Les coulombs de flux électrique nécessaires pour générer le réactif sont convertis en microgrammes d'eau, la lecture se faisant directement sur un cadran numérique.

**4.3.2 Évaporateur d'eau**, se composant d'un four capable de chauffer l'échantillon à au moins 300 °C, d'un tube chauffé (voir Figure 2), d'un régulateur de température, d'un débitmètre pour mesurer le débit de gaz vecteur et d'un tube déshydratant pour le gaz vecteur.

**4.3.3 Microseringue**, de 10 µl de capacité, dont le volume est étalonné.

**4.3.4 Nacelle**, façonnée par exemple à partir d'une feuille d'aluminium jetable, de taille suffisante pour renfermer la prise d'essai et être logée dans le tube chauffé.



#### Légende

- |  |   |
|--|---|
| 1 Appareil coulométrique de Karl Fischer | 7 Four  |
| 2 Sortie de gaz                          | 8 Tube chauffé  |
| 3 Cuve de titrage                        | 9 Tubes déshydratants (remplis par exemple de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) |
| 4 Unité de commande du titrage           | 10 Débitmètre   |
| 5 Alimentation c.a.                      | 11 Thermostat   |
| 6 Évaporateur d'eau                      | 12 Gaz N <sub>2</sub>   |

Figure 1 — Schéma de montage du système complet pour le dosage de l'eau par la méthode B