

---

---

## Plastiques — Dosage de l'eau

*Plastics — Determination of water content*

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

[ISO 15512:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fff7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fff7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 15512:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2008

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2009

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives .....</b>	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Méthode A — Extraction de l'eau au méthanol anhydre .....</b>	<b>2</b>
3.1   Principe.....	2
3.2   Réactifs.....	2
3.3   Appareillage .....	2
3.4   Préparation de l'échantillon.....	2
3.5   Mode opératoire.....	3
3.6   Expression des résultats .....	3
3.7   Fidélité .....	3
<b>4</b> <b>Méthode B — Vaporisation de l'eau .....</b>	<b>4</b>
4.1   Principe.....	4
4.2   Réactifs.....	4
4.3   Appareillage .....	5
4.4   Préparation de l'échantillon.....	6
4.5   Mode opératoire.....	6
4.6   Expression des résultats .....	8
4.7   Fidélité .....	8
<b>5</b> <b>Méthode C — Méthode manométrique.....</b>	<b>8</b>
5.1   Principe.....	8
5.2   Réactif.....	9
5.3   Appareillage .....	9
5.4   Préparation de l'échantillon.....	9
5.5   Mode opératoire.....	11
5.6   Expression des résultats .....	13
5.7   Fidélité .....	13
<b>6</b> <b>Rapport d'essai.....</b>	<b>13</b>
<b>Annexe A (informative) Sélection de la température de chauffage optimale pour le dosage de l'eau ....</b>	<b>14</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>16</b>

## 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'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)**

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15512:1999), dont elle constitue une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008>

## Introduction

La comparabilité interlaboratoires concernant des résultats de dosage de l'eau est souvent médiocre. Les principales causes à cela sont l'emballage et la manipulation des échantillons ainsi que les différences entre les équipements et les réglages. Afin de pouvoir comparer les données entre deux laboratoires, il est essentiel d'accorder une attention toute particulière à l'emballage et à la manipulation des échantillons. Il est recommandé par exemple d'emballer les échantillons dans des récipients en verre spéciaux ou des sachets étanches à l'eau. Il convient que la manipulation des échantillons soit réalisée dans un environnement sec sous azote ou sous air. Afin d'améliorer la répétabilité et la reproductibilité, il convient de suivre strictement le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale.

Les réglages de température prévus pour la méthode de vaporisation décrite dans la présente Norme internationale ne sont pas spécifiés dans la norme. Concernant la méthode manométrique, une température de 200 °C est souvent utilisée. Cependant, pour certains condensats, il est possible que cette température soit trop élevée et qu'elle provoque, par exemple, la génération d'eau en raison d'une réaction de condensation.

Il convient d'optimiser la température de chauffage vis-à-vis du matériau devant être soumis à essai, de l'équipement utilisé et des circonstances réelles. Si la température est trop basse, la quantité totale d'eau dans le matériau devant être soumis à essai ne s'évaporerait pas complètement, alors que des températures trop élevées provoquent la génération d'eau en raison d'effets comme des réactions de dégradation et de condensation.

Dans la présente Norme internationale, un mode opératoire est inclus pour une optimisation de la température de chauffage de manière à choisir la température appropriée pour le dosage de l'eau et à améliorer la comparabilité interlaboratoires.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbf7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008>

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

ISO 15512:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fff7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008>

# 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 et d'articles finis. Ces méthodes ne contrôlent pas l'absorption d'eau (cinétique et équilibre) des plastiques, cet aspect étant traité dans l'ISO 62. Les méthodes sont applicables au dosage de l'eau à des niveaux aussi faibles que les suivants:

- Méthode A 0,1 % ou mieux;
- Méthode B 0,01 % ou mieux;
- Méthode C 0,01 % ou mieux.

La teneur en eau est un paramètre important de la mise en œuvre des matériaux et il convient qu'elle reste en dessous du niveau spécifié 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 suivie d'un titrage de l'eau extraite 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 plastiques.
- b) La **méthode B** procède par vaporisation de l'eau à l'aide d'air sec ou d'azote gazeux chauffé suivie d'un titrage de l'eau recueillie 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. Il convient d'effectuer périodiquement des vérifications de la présence de grandes quantités de composés volatils, 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 de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 760, *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 du 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**, 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 ce qui suit.

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

**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 le dosage de l'eau conformément à l'ISO 760.

#### 3.4 Préparation de l'échantillon

##### 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 de dimensions maximales 4 mm × 4 mm × 3 mm. Procéder rapidement pour réduire le plus possible l'absorption d'humidité.

### 3.5 Mode opératoire

#### 3.5.1 Précautions

La faible quantité d'eau dosée doit faire l'objet d'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

Sécher avec soin l'appareillage.

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

Déboucher les fioles et les raccorder rapidement aux réfrigérants à reflux (3.3.3) munis de tubes contenant du 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, les reboucher rapidement et les replacer dans le dessiccateur.

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

La teneur en eau,  $w$ , exprimée en pourcentage en masse, pour chacun des deux dosages est donnée par la formule 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.

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 acceptables soient obtenues et rejeter tous les résultats inacceptables.

Le résultat s'exprime sous la forme d'une moyenne des deux dosages, arrondie à 0,01 % en masse près.

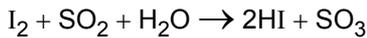
### 3.7 Fidélité

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.

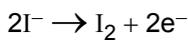
## 4 Méthode B — Vaporisation de l'eau

### 4.1 Principe

Une prise d'essai est pesée puis placée dans un four. L'eau contenue dans la prise d'essai est transformée en vapeur qui est transférée à l'aide d'un gaz vecteur (azote sec) dans la cuve de titrage. L'eau est dosée au moyen de la méthode coulométrique de Karl Fischer, fondée sur la réduction de l'iode 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 l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.2.1 Solution anodique**, contenant des ions iodure pour former de l'iode dans le mélange réactif, selon les instructions du fabricant de l'équipement (à utiliser lorsqu'une cuve de titrage comportant une membrane est utilisée).

**4.2.2 Solution cathodique**, contenant un sel approprié dans du méthanol (ou un autre solvant organique approprié), préparée selon les instructions du fabricant de l'équipement (à utiliser lorsqu'une cuve de titrage comportant une membrane est utilisée).

**4.2.3 Réactif universel**, contenant des ions iodure pour former de l'iode dans le mélange réactif, préparé selon les instructions du fabricant de l'équipement (à utiliser lorsqu'une cuve de titrage sans membrane est utilisée).

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

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

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

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

**4.2.8 Azote (N<sub>2</sub>)**, contenant moins de 5 µg d'eau par gramme.

---

1) SICAPENT<sup>®</sup> est une marque déposée de MERCK et constitue un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

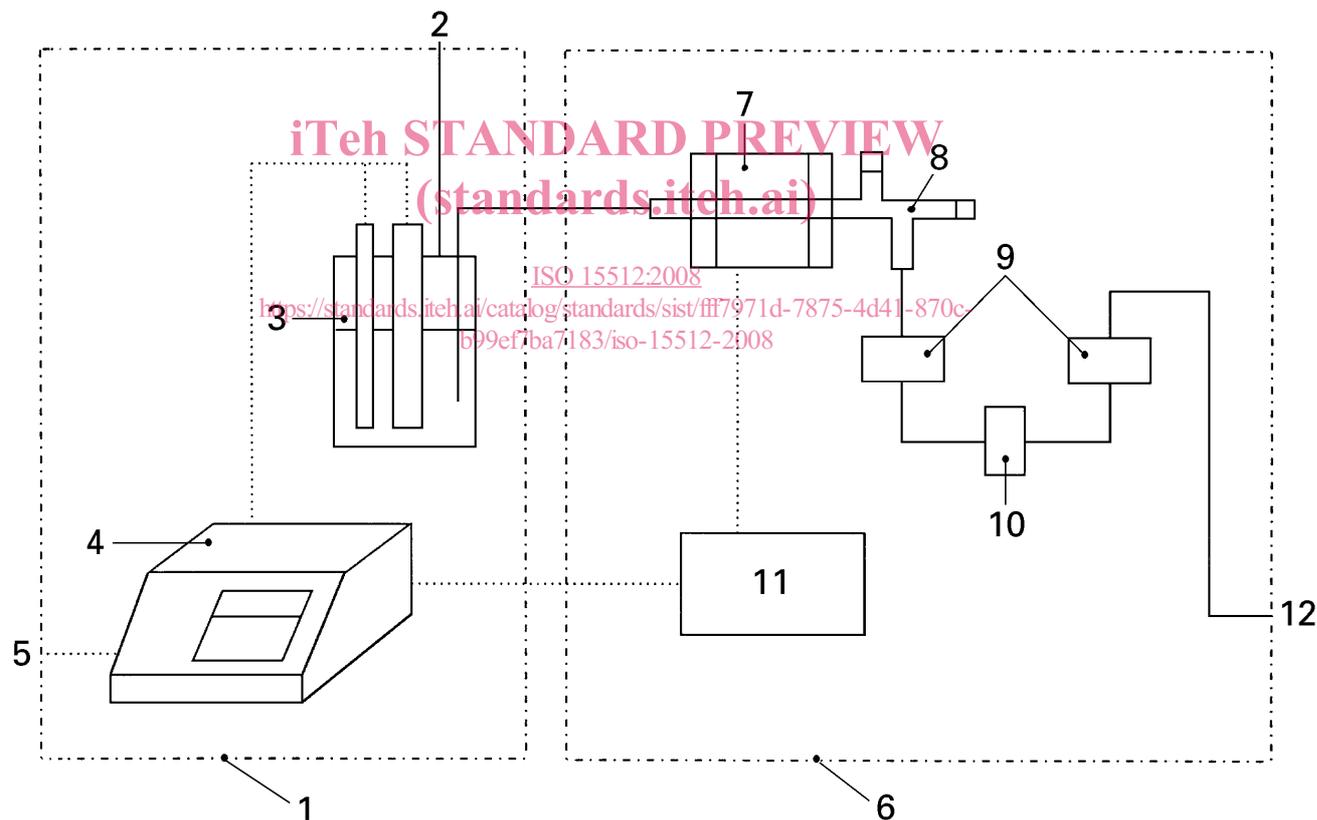
### 4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

**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 avec ou sans membrane, d'une électrode double en platine et d'un agitateur mécanique (voir Figure 1). 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.

Une cuve dépourvue de membrane est suffisamment précise pour de nombreuses applications. Cependant, vérifier auprès du fournisseur de l'équipement si les applications particulières, pour lesquelles ce mode opératoire est utilisé, nécessitent une membrane. Une cuve équipée d'une membrane est recommandée si la meilleure précision possible est requise.

**4.3.2 Évaporateur d'eau**, se composant d'un four capable de chauffer la prise d'essai à au moins 300 °C, d'un tube chauffé, d'un régulateur de température, d'un débitmètre pour mesurer le débit de gaz vecteur et de tubes déshydratants pour le gaz vecteur (voir Figures 1 et 2).



#### 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 $P_2O_5$ ) |
| 4 | unité de commande du titrage           | 10 | débitmètre   |
| 5 | alimentation électrique                | 11 | thermostat   |
| 6 | évaporateur d'eau                      | 12 | gaz $N_2$  |

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