
**Пластмассы. Определение содержания
воды**

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>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 15512:2008(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15512:2008

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



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Метод А. Экстракция безводным метанолом	2
3.1 Принцип	2
3.2 Реактивы	2
3.3 Аппаратура	2
3.4 Подготовка образца для испытания	2
3.5 Проведение испытания	3
3.6 Выражение результатов	3
3.7 Прецизионность	4
4 Метод В. Выпаривание воды	4
4.1 Сущность метода	4
4.2 Реактивы	4
4.3 Аппаратура	5
4.4 Подготовка пробы	7
4.5 Проведение испытания	8
4.6 Обработка результатов	9
4.7 Прецизионность	10
5 Метод С. Манометрический метод	10
5.1 Сущность метода	10
5.2 Реактив	10
5.3 Аппаратура	10
5.4 Подготовка пробы	11
5.5 Проведение испытания	12
5.6 Обработка результатов	15
5.7 Прецизионность	15
6 Протокол испытания	15
Приложение А (информативное) Выбор оптимальной температуры нагревания для определения содержания воды	16
Библиография	18

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 15512 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 5, *Физико-химические свойства*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 15512:1999), которое прошло технический пересмотр.

ISO 15512:2008

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

Введение

Межлабораторная сопоставимость определений содержания воды зачастую низкая. Основными причинами этого являются: упаковка пробы, обращение с пробами и различия в оборудовании и установочными параметрами. Чтобы можно было сравнивать между собой данные, полученные двумя лабораториями, необходимо особое внимание уделить упаковыванию пробы и обращению с пробой. Например, рекомендуется упаковать пробы в специальные стеклянные контейнеры или водонепроницаемые пакеты. Обращение с пробами предпочтительно рекомендуется осуществлять в атмосфере сухого азота или сухого воздуха. Для улучшения повторяемости (сходимости) и воспроизводимости рекомендуется строго следовать процедуре, установленной данным международным стандартом.

Установочные параметры температуры для метода испарения, описанного в данном международном стандарте, в стандарте не задаются. Для манометрического метода часто используют температуру 200 °С. Однако для некоторых конденсатов такая температура может быть слишком высокой и привести, например, к образованию воды в результате реакции конденсации.

Температуру нагревания следует оптимизировать в соответствии с подлежащим испытанию материалом, используемым оборудованием и практическими условиями. Если температура слишком низкая, общее количество воды в испытуемом материале полностью не испарится, тогда как при слишком высоких температурах вода может образоваться в результате таких процессов как разложение и реакция конденсации.

В данном международном стандарте включена процедура оптимизации температуры нагревания, чтобы выбрать правильную температуру для определения содержания воды и улучшения межлабораторной сопоставимости.

[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>

Пластмассы. Определение содержания воды

1 Область применения

1.1 Настоящий международный стандарт устанавливает методы определения содержания воды в пластмассах в форме гранул и готовых изделий. Эти методы не предусматривают определение поглощения воды (кинетика и равновесие) пластмассами, как в ISO 62. Эти методы подходят для определения содержания воды на таком низком уровне как:

- Метод А до 0,1 % или лучше;
- Метод В до 0,01 % или лучше;
- Метод С до 0,01 % или лучше.

Содержание воды является важным параметром для обрабатываемых материалов и должно оставаться ниже уровня, установленного в соответствующем стандарте на материал.

1.2 В настоящем международном стандарте установлено три следующих метода:

- a) **Метод А** является методом экстракции с использованием безводного метанола с последующим титрованием Карла Фишера экстрагированной воды. Этот метод может использоваться для всех пластмасс и применяться к гранулам, имеющим максимальный размер 4 мм × 4 мм × 3 мм.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1f7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008>
- b) **Метод В** является методом выпаривания с применением нагретого сухого воздуха или газообразного азота для выпаривания воды с последующим титрованием Карла Фишера собранной воды. Этот метод может использоваться для всех пластмасс и применяться к гранулам, имеющим размеры меньше 4 мм × 4 мм × 3 мм.
- c) **Метод С** является манометрическим методом. Содержание воды определяют по увеличению давления, создаваемым испарением воды под действием вакуума. Этот метод неприменим к образцам пластмассы, содержащим летучие соединения, кроме воды, в количествах, значительных для влияния на давление паров при комнатной температуре. Проверку наличия больших количеств летучих веществ следует осуществлять регулярно, например, методом газовой хроматографии. Такие проверки особенно необходимы для новых типов или сортов материалов.

2 Нормативные ссылки

Нижеследующие документы являются обязательными для применения данного документа. Для датированных ссылок действительно только указанное издание. В случае недатированных ссылок используется последняя редакция документа, на который дается ссылка (включая все изменения).

ISO 760, *Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (Общий метод)*

3 Метод А. Экстракция безводным метанолом

3.1 Принцип

Пробу для испытания экстрагируют безводным метанолом и экстрагированную воду определяют титрованием по методу Карла Фишера.

3.2 Реактивы

Во время анализа используют только реактивы признанной аналитической чистоты.

3.2.1 Метанол, безводный, с содержанием воды менее 0,1 % по массе.

3.2.2 Реактив Карла Фишера, с коэффициентом эквивалентности примерно равным от 3 мг/мл до 5 мг/мл воды. Если реактив готовят в лаборатории, необходимо проверить его коэффициент эквивалентности по ISO 760.

3.3 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также следующее:

3.3.1 Стеклянные колбы, вместимостью 250 мл, оснащенные притертыми или резиновыми пробками.

3.3.2 Конические колбы для титрования, вместимостью 150 мл, со стандартными горлышками на шлифе с притертыми пробками.

3.3.3 Обратные холодильники, с притертыми горлышками, подходящими к колбам (3.3.2) и пробиркам (3.3.4).

3.3.4 Пробирки для поглощения воды с притертыми соединениями, содержащие хлорид кальция или другой осушитель.

3.3.5 Электронагреватели или калориферы, для колб (3.3.2).

3.3.6 Пипетки, вместимостью 50 мл. (Подойдут пипетки с автоматическим наполнением.)

3.3.7 Сосуды Вульфе, с двумя трубками.

3.3.8 Изогнутые или U-образные трубки для поглощения воды, наполненные хлоридом кальция.

3.3.9 Груша резиновая для наполнения пипеток.

3.3.10 Пипетка, вместимостью 10 мл.

3.3.11 Эксикатор, содержащий хлорид кальция.

3.3.12 Весы аналитические, точностью до 0,2 мг.

3.3.13 Аппарат Карла Фишера, для определения содержания воды в соответствии с ISO 760.

3.4 Подготовка образца для испытания

3.4.1 Гранулы

Отбирают репрезентативную пробу в количестве примерно 100 г. Помещают пробу в предварительно высушенную стеклянную колбу (3.3.1) и сразу закрывают пробкой.

ПРИМЕЧАНИЕ Желательно предварительно просушить контейнер в сушильном шкафу и затем охладить над подходящим водопоглотителем, например, силикагелем.

3.4.2 Готовые изделия

Разрезают или распиливают образец на кусочки соответствующего размера, т.е. максимальным размером 4 мм × 4 мм × 3 мм. операции выполняют быстро, чтобы свести к минимуму абсорбцию влаги.

3.5 Проведение испытания

3.5.1 Меры предосторожности

Ввиду низких количеств абсорбируемой воды максимальное внимание необходимо уделять тому, чтобы избежать попадания в пробу воды от контейнера для проб, из атмосферы или при переносе. Гигроскопические пробы смол необходимо защищать от внешних воздействий.

3.5.2 Приготовление образцов для испытания

Испытание проводят на двух образцах одной и той же пробы. используют образцы, содержащие от 10 мг до 20 мг воды на основе оцененного содержания воды в пробе.

3.5.3 Определение

Тщательно просушивают оборудование.

Взвешивают каждый испытуемый образец с точностью до 1 мг в конической колбе для титрования (3.3.2) с притертой стеклянной крышкой. Пипеткой переносят 50 мл (3.3.6) безводного метанола (3.2.1) в коническую колбу, содержащую образец для испытания. Одновременно добавляют 50 мл безводного метанола в другую коническую колбу для холостого испытания. Закрывают колбы пробками. Закупоренные колбы хранят в эксикаторе (3.3.11) до продолжения испытаний.

Откупоривают колбы и быстро подсоединяют их к обратным холодильникам (3.3.3), оснащенными трубками с хлоридом кальция (3.3.4). Прогоняют содержимое конических колб в течение 3 ч, затем оставляют их на 45 мин, чтобы охладить до комнатной температуры. Отсоединяют колбы от холодильников, быстро закупоривают и помещают в эксикатор.

Используют аппарат Карла Фишера (3.3.13) для титрования содержимого каждой колбы с реактивом Карла Фишера (3.2.2).

3.6 Выражение результатов

Содержание воды w , выраженное в процентах по массе, для каждого из двух определений, задается следующей формулой:

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

где

V_1 объем, выраженный в миллилитрах, реактива Карла Фишера, использованный для определения;

V_2 объем, выраженный в миллилитрах, реактива Карла Фишера, использованный для холостого испытания;

T эквивалент воды, выраженный в граммах воды на миллилитр реактива Карла Фишера;

m масса, в граммах, образца для испытания.

Два значения содержания воды не должны отличаться более чем на 10 % отн. или 0,02 % абс., в зависимости от того, какая величина больше. Если разность больше, повторяют измерение, пока не получат приемлемых последовательных значений и отбрасывают все непригодные результаты.

Результат выражают как среднее от этих двух определений, округленное до 0,01 % по массе.

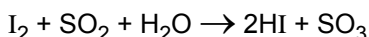
3.7 Прецизионность

Прецизионность данного метода испытания неизвестна ввиду отсутствия данных межлабораторных исследований. Если и когда такие данные будут получены, заявление о прецизионности будут включены в стандарт при следующем техническом пересмотре.

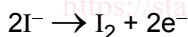
4 Метод В. Выпаривание воды

4.1 Сущность метода

Образец для испытания взвешивают и помещают в сушильный шкаф. Воду, содержащуюся в образце для испытания, выпаривают и переносят в ячейку для титрования с помощью сухого газообразного азота. Затем воду титруют с помощью кулонометрического метода Карла Фишера. Этот метод основан на восстановлении йода диоксидом серы в присутствии воды с образованием триоксида серы и йодистоводородной кислоты:



В отличие от традиционных реактивов Карла Фишера, которые включают йод, в кулонометрическом методе йод образуется электролитически из иодида



с образованием тока 10,71 Кл, соответствующего 1 мг воды по закону Карла Фишера.

4.2 Реактивы

В процессе анализа используют только реактивы признанной аналитической чистоты и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.2.1 Анодный раствор, содержащий ионы иодида для образования йода в реакционной смеси, в соответствии с инструкциями изготовителя оборудования (для использования, когда применяется титровальная ячейка с диафрагмой).

4.2.2 Катодный раствор, содержащий подходящую соль в метаноле (или другой подходящий органический растворитель), приготовленный в соответствии с инструкциями изготовителя оборудования (для использования, когда применяется титровальная ячейка с диафрагмой).

4.2.3 Универсальный реактив, содержащий ионы иодида для образования йода в реакционной смеси, приготовленный в соответствии с инструкциями изготовителя оборудования (для использования, когда применяется титровальная ячейка с диафрагмой).

4.2.4 Нейтрализующий раствор, состоящий приблизительно из 4 мг/мл воды в пропиленкарбонате, этиленгликоль-монометиловом эфире (2-метоксиэтанол) или метилцеллюлозе.

4.2.5 Силикагель, в форме гранул диаметром приблизительно 2 мм, для использования в качестве осушителя.

4.2.6 SICAPENT[®]1) молекулярное сито или **пентоксид фосфора**, для использования в качестве газа-носителя -осушителя.

4.2.7 Смазка, не содержащая влаги или содержащая ее в незначительном количестве и очень низкой влагопоглощательной способностью, для смазки притертых соединений для поддержания воздухо непроницаемости системы.

4.2.8 Газообразный азот (N₂), содержащий менее 5 мкг/г воды.

4.3 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также следующее:

4.3.1 Кулонометрический титратор Карла Фишера, состоящий из блока управления и титровальной ячейки в сборе и оснащенный генераторной ячейкой с диафрагмой или без диафрагмы, двумя платиновыми электродами и магнитной мешалкой (см. Рисунок 1). Этот прибор предназначен для кулонометрического получения йода, который стехиометрически реагирует с водой, присутствующей в ячейке. Количество кулонов электричества, требуемого для образования реактива, преобразуют в микрограммы воды, которые выводятся непосредственно как цифровое показание.

Ячейка без диафрагмы имеет достаточную точность для многих задач. Однако необходимо, чтобы поставщик оборудования проверил и подтвердил, не требуют ли конкретные задачи, для которых этот метод используется, наличия диафрагмы. Ячейка с диафрагмой рекомендуется для применения в тех случаях, когда требуется наилучшая из возможных точность.

4.3.2 Испаритель воды, состоящий из печи, обеспечивающей нагревание пробы до температуры не менее 300 °С, нагревательной трубки, блока контроля температуры, расходомера газа-носителя и сушильных трубок для газа-носителя, содержащих осушителя (см. Рисунки 1 и 2).

ISO 15512:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1f7971d-7875-4d41-870c-b99ef7ba7183/iso-15512-2008>

1) SICAPENT[®] торговое наименование MERCK. Пример имеющегося в продаже подходящего продукта. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении данной продукции.