
Plastiques — Dosage de l'eau

Plastics — Determination of water content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15512:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dfd06c-3503-47de-a2c7-f3a896566f9d/iso-15512-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dfd06c-3503-47de-a2c7-f3a896566f9d/iso-15512-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15512:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dfd06c-3503-47de-a2c7-f3a896566f9d/iso-15512-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Méthode A — Extraction de l'eau au méthanol anhydre	2
3.1 Principe.....	2
3.2 Réactifs.....	2
3.3 Appareillage.....	2
3.4 Préparation de l'échantillon.....	2
3.4.1 Granulés ou poudre.....	2
3.4.2 Articles finis.....	3
3.5 Mode opératoire.....	3
3.5.1 Précautions.....	3
3.5.2 Préparation des prises d'essai.....	3
3.5.3 Dosage.....	3
3.6 Expression des résultats.....	3
3.7 Fidélité.....	4
4 Méthode B1 — Vaporisation de l'eau dans un four tubulaire	4
4.1 Principe.....	4
4.2 Réactifs.....	4
4.3 Appareillage.....	5
4.4 Préparation de l'échantillon.....	7
4.5 Mode opératoire.....	7
4.5.1 Précautions.....	7
4.5.2 Préparation de l'appareillage.....	7
4.5.3 Vérification de l'équipement.....	7
4.5.4 Dosage.....	8
4.6 Expression des résultats.....	8
4.7 Fidélité.....	9
5 Méthode B2 — Vaporisation de l'eau en utilisant une fiole à échantillon chauffée	9
5.1 Principe.....	9
5.2 Réactifs.....	9
5.3 Appareillage.....	10
5.4 Préparation de l'échantillon.....	11
5.5 Mode opératoire.....	12
5.5.1 Préparation de l'appareillage.....	12
5.5.2 Vérification de l'équipement.....	12
5.5.3 Dosage.....	12
5.6 Expression des résultats.....	14
5.7 Fidélité.....	15
6 Méthode C — Méthode manométrique	15
6.1 Principe.....	15
6.2 Réactifs.....	15
6.3 Appareillage.....	15
6.4 Préparation de l'échantillon.....	16
6.5 Mode opératoire.....	16
6.5.1 Équipement.....	16
6.5.2 Purge.....	18
6.5.3 Étalonnage.....	18
6.5.4 Dosage.....	19
6.6 Expression des résultats.....	20
6.7 Fidélité.....	20

7	Rapport d'essai	21
	Annexe A (informative) Autres méthodes de préparation des échantillons et de titrage	22
	Annexe B (informative) Sélection de la température de chauffage optimale pour le dosage de l'eau	24
	Annexe C (normative) Dosage de l'eau contenue dans un étalon d'eau	26
	Bibliographie	27

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15512:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dfd06c-3503-47de-a2c7-f3a896566f9d/iso-15512-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dfd06c-3503-47de-a2c7-f3a896566f9d/iso-15512-2016>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/foreword.html.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physiques*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 15512:2014), dont elle constitue une révision mineure avec mise à jour du paragraphe [6.2.1](#).

Introduction

La comparabilité interlaboratoires concernant des résultats de dosage de l'eau dans les plastiques 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. 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 ne sont pas spécifiés dans la présente Norme internationale. 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15512:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29df06c-3503-47de-a2c7-f3a896566f9d/iso-15512-2016>

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 poudre, 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.

La Méthode A est applicable au dosage de l'eau à des niveaux aussi faibles que 0,1 % avec une précision de 0,1 %. La Méthode B et la Méthode C sont applicables au dosage de l'eau à des niveaux aussi faibles que 0,01 % avec une précision de 0,01 %.

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 Quatre méthodes possibles sont spécifiées dans la présente Norme internationale.

- 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 peut être utilisée pour tous les plastiques et est applicable aux granulés de moins de 4 mm × 4 mm × 3 mm. Elle peut également être utilisée, par exemple, pour les poudres de prépolymère insolubles dans le méthanol.
- La **méthode B1** procède par vaporisation dans un four tubulaire. L'eau contenue dans la prise d'essai est transformée en vapeur, qui est transférée à l'aide d'un gaz vecteur d'air sec ou d'azote dans la cuve de titrage, l'eau recueillie est ensuite titrée par la méthode de Karl Fischer. Cette méthode peut être utilisée pour tous les plastiques et est applicable aux granulés de moins de 4 mm × 4 mm × 3 mm.
- La **méthode B2** procède par vaporisation dans un flacon d'échantillon chauffé. L'eau contenue dans la prise d'essai est transformée en vapeur, qui est transférée à l'aide d'un gaz vecteur d'air sec ou d'azote dans la cuve de titrage, l'eau recueillie est ensuite titrée par la méthode de Karl Fischer. Cette méthode peut être utilisée pour tous les plastiques et est applicable aux granulés de moins de 4 mm × 4 mm × 3 mm.
- La **méthode C** est une méthode manométrique. Le dosage de l'eau 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 suivants, en tout ou partie, sont références de façon normative dans le présent document sont indispensables pour son application. 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 titrage en utilisant la méthode de Karl Fischer.

3.2 Réactifs

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

3.2.1 Milieu de titrage, méthanol anhydre dont la teneur en eau est inférieure à 0,1 % en masse. D'autres solvants peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils possèdent des propriétés comparables.

3.2.2 Réactif de Karl Fischer, ayant un équivalent en eau d'environ 3 mg/ml à 5 mg/ml. Une fois le réactif préparé, 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 environ, fournis avec un bouchon adéquat pour éviter l'absorption ou la perte d'humidité.

3.3.2 Fioles coniques de titrage, de 150 ml de capacité environ, 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 déshydratant approprié.

3.3.5 Système de chauffage, adapté aux fioles coniques de titrage (3.3.2).

3.3.6 Dessiccateur, contenant un agent déshydratant approprié.

3.3.7 Balance analytique, précise à 0,2 mg.

3.3.8 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 ou poudre

Prendre un échantillon représentatif d'environ 100 g. Placer l'échantillon dans un flacon en verre (3.3.1) préalablement séché et fermer le flacon immédiatement au moyen d'un bouchon.

NOTE Il est souhaitable d'étuver le récipient au préalable, puis de le laisser refroidir au-dessus d'un agent déshydratant approprié.

3.4.2 Articles finis

Découper l'échantillon au couteau ou à la scie en morceaux d'une taille convenable, c'est-à-dire de dimensions maximales 4 mm × 4 mm × 3 mm. Procéder rapidement pour réduire au minimum l'absorption d'humidité.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Précautions

Étant donnée la faible quantité d'eau dosée, un soin particulier de tous les instants doit être apporté pour éviter la contamination de 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.

En utilisant des instruments de titrage coulométrique Karl Fischer modernes, des prises d'essai contenant moins de 10 mg peuvent être utilisées si le niveau de précision des résultats peut être atteint.

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, ajouter 50 ml de méthanol anhydre (3.2.1) dans la fiole conique contenant la prise d'essai. Ajouter simultanément à l'aide d'une pipette 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 (3.3.6) 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 (3.3.8) pour titrer le contenu de chaque fiole à l'aide du réactif de Karl Fischer (3.2.2).

NOTE D'autres méthodes de préparation des échantillons et de titrage sont décrites dans l'Annexe A.

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 (1):

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times T}{m} \times 100 \quad (1)$$

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.

NOTE Sur certains équipements, V_2 peut ne pas être donné individuellement, mais uniquement utilisé pour le calcul interne de $V_1 - V_2$. Dans ce cas, le numérateur de la formule est simplifié et devient $V \times T$;

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.

Afin de pouvoir comparer les données entre deux laboratoires, il est essentiel d'accorder une attention particulière à l'emballage et à la manipulation des échantillons.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Méthode B1 — Vaporisation de l'eau dans un four tubulaire

ISO 15512:2016

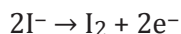
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/29dfd06c-3503-47de-a2c7-f3a896566f9d/iso-15512-2016>

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 d'azote sec dans la cuve de titrage. L'eau est alors dosée au moyen de la méthode coulométrique de Karl Fischer. Cette méthode est 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 à partir de l'ion iodure:



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.

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.

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.

4.2.3 Réactif simple anode universel, 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 sans membrane est utilisée.

NOTE Un réactif coulométrique simple anode universel est utilisé dans les cuves de titrage sans membrane. Les cuves de titrage comportant une membrane nécessitent d'utiliser des solutions anodique et cathodique distinctes.

4.2.4 Solution de neutralisation, constituée environ de 4 mg/ml d'eau dans du carbonate de propylène, éther monométhyle d'éthylène glycol 2-méthoxy-éthanol ou méthylcellosolve.

4.2.5 Azote gazeux (N₂), contenant moins de 5 µg/g d'eau.

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.

NOTE Une cuve sans membrane est suffisamment précise pour de nombreuses applications. Cependant, vérifier auprès du fournisseur de l'équipement si l'application considérée nécessite 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 l'échantillon à au moins 300 °C, d'un tube chauffé (voir [Figure 2](#)), d'un thermostat, d'un débitmètre pour mesurer le débit de gaz vecteur et de tubes déshydratant pour le gaz vecteur contenant l'agent déshydratant.

4.3.3 Microseringue, ayant une capacité de 10 µl, étalonnée.

4.3.4 Nacelle

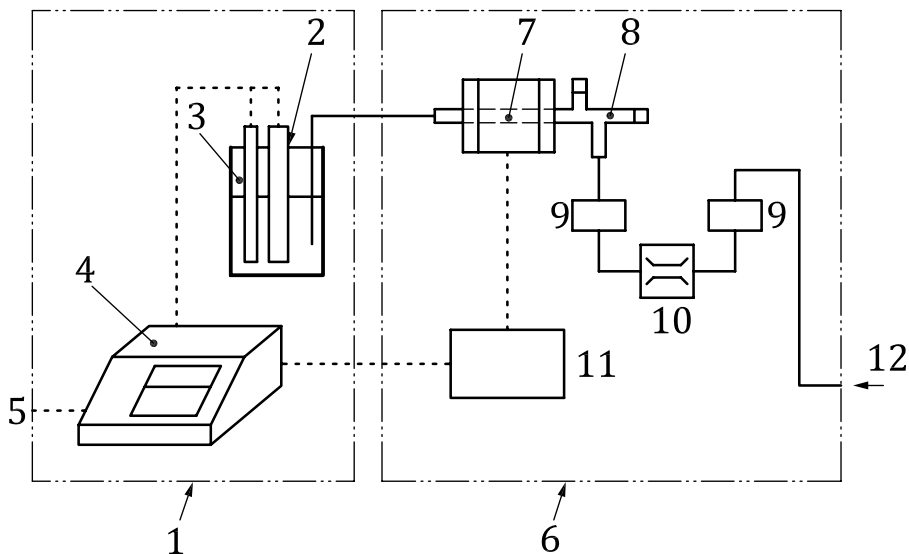
Une feuille d'aluminium peut être utilisée pour façonner une nacelle jetable, de taille suffisamment grande pour contenir l'échantillon et suffisamment petite pour être logée dans le tube chauffé.

4.3.5 Agent déshydratant approprié, destiné aux tubes déshydratants pour le gaz vecteur ([4.3.2](#)).

4.3.6 Tamis moléculaire, ayant un diamètre de pores de 0,3 nm, agent déshydratant pour le gaz vecteur.

4.3.7 Manchons en PTFE, à utiliser pour préserver l'étanchéité à l'air des joints en verre rodé du système.

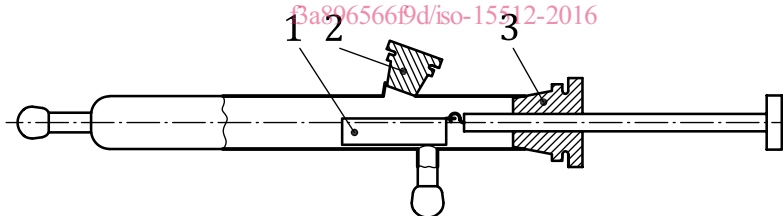
Il est également possible d'utiliser de la graisse contenant peu d'eau, voire pas du tout, et faiblement absorbante vis-à-vis de l'eau.



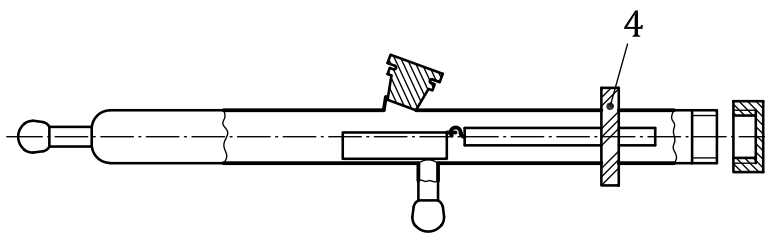
Légende

- | | | | |
|---|--|----|---|
| 1 | appareil coulométrique de Karl Fischer | 7 | four |
| 2 | sortie de gaz | 8 | tube chauffant |
| 3 | cuve de titrage | 9 | tubes déshydratants (remplis d'agent déshydratant, par exemple de P ₂ O 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 B1



a) Type à barre poussoir



b) Type à aimant

Légende

- | | | | |
|---|-------------------------|---|----------------------|
| 1 | nacelle | 3 | entrée de la nacelle |
| 2 | entrée de l'échantillon | 4 | aimant |

Figure 2 — Tubes chauffés