

idt ISO 15512:2019

Plastics - Determination of water content

Plastiques - Dosage de l'eau

Kunststoffe - Bestimmung des Wassergehaltes

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 15512:2019. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 15512:2019. It was translated by the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN ISO 15512 (64 0113) z prosince 2019.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN ISO 15512:2019 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN ISO 15512 z prosince 2019 převzala EN ISO 15512:2019 schválením k přímému používání jako ČSN oznámením ve Věstníku ÚNMZ, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

ISO 760 zavedena v ČSN ISO 760 (65 0330) Stanovení vody - Metoda Karl Fischera (Všeobecná metoda)

Související ČSN

ČSN EN ISO 62 (64 0112) Plasty - Stanovení nasákavosti ve vodě

ČSN EN ISO 307 (64 3605) Plasty - Polyamidy - Stanovení viskozitního čísla

ČSN EN ISO 1628-1 (64 0355) Plasty - Stanovení viskozity polymerů ve zředěných roztocích kapilárním viskozimetrem - Část 1: Všeobecné principy

ČSN EN ISO 1628-2 (64 0355) Plasty - Stanovení viskozity polymerů ve zředěných roztocích použitím kapilárního viskozimetru - Část 2: Polyvinylchlorid

ČSN EN ISO 1628-3 (64 0355) Plasty - Stanovení viskozity polymerů ve zředěných roztocích kapilárním viskozimetrem - Část 3: Polyethyleny a polypropyleny

ČSN EN ISO 1628-5 (64 0355) Plasty - Stanovení viskozity polymerů ve zředěných roztocích kapilárním viskozimetrem - Část 5: Homopolymery a kopolymery termoplastických polyesterů (TP)

Vypracování normy

Zpracovatel: Institut pro testování a certifikaci a. s., Zlín, IČO 47910381, Ing. Martina Pavlínková

Technická normalizační komise: TNK 52 Plasty

Pracovník České agentury pro standardizaci: Ing. Marie Chalupová

Česká agentura pro standardizaci je státní příspěvková organizace zřízená Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví na základě ustanovení § 5 odst. 2 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů.

EVROPSKÁ NORMA
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN ISO 15512

Květen 2019

ICS 83.080.01
EN ISO 15512:2016

Nahrazuje

Plasty - Stanovení obsahu vody
(ISO 15512:3019)

Plastics - Determination of water content
(ISO 15512:2019)

Plastiques - Dosage de l'eau
(ISO 15512:2019)

Kunststoffe - Bestimmung des Wassergehaltes
(ISO 15512:2019)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 2019-05-04.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje status národní normy.

Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.



Evropský výbor pro normalizaci
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
Řídicí centrum CEN-CENELEC: Rue de la Science 23, B-1040 Brusel

© 2019 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoliv formě a jakýmkoliv prostředky
15512:2019 E

Ref. č. EN ISO

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva

Tento dokument (EN ISO 15512:2019) vypracovala technická komise ISO/TC 61 *Plasty* ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 249 *Plasty*, jejíž sekretariát zajišťuje NBN.

Této evropské normě je nutno nejpozději do listopadu 2019 udělit status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do listopadu 2019.

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. CEN nelze činit zodpovědným za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Tento dokument nahrazuje EN ISO 15512:2016.

Podle vnitřních předpisů CEN-CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, Bývalé jugoslávské republiky Makedonie, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

Oznámení o schválení

Text ISO 15512:2019 byl schválen CEN jako EN ISO 15512:2019 bez jakýchkoliv modifikací.

Předmluva.....	7
Úvod.....	8
1..... Předmět normy.....	9
2..... Citované dokumenty.....	9
3..... Termíny a definice.....	10
4..... Metoda A - Extrakce bezvodým methanolem.....	10
4.1..... Podstata zkoušky.....	10
4.2..... Činidla.....	10
4.3..... Zařízení a pomůcky.....	10
4.4..... Příprava zkušebního vzorku.....	10
4.4.1... Granule nebo prášek.....	10
4.4.2... Hotové výrobky.....	10
4.5..... Postup zkoušky.....	11

4.5.1... Předběžná opatření	
.....	11
4.5.2... Příprava zkušebních vzorků	
. 11	
4.5.3...	
Stanovení.....	
.....	11
4.6..... Vyjádření výsledků	
.....	11
4.7.....	
Preciznost.....	
.....	11
5..... Metoda B1 - Odpaření vody za použití trubkové sušárny	11
5.1..... Podstata zkoušky	
.....	11
5.2.....	
Činidla.....	
.....	12
5.3..... Zkušební zařízení	
.....	12
5.4..... Příprava zkušebního vzorku	
. 14	
5.5..... Postup zkoušky	
.....	14
5.5.1... Předběžná opatření	
.....	14
5.5.2... Příprava aparatury	
.....	14
5.5.3... Kontrola zařízení	

..... 14

5.5.4...

Stanovení.....
..... 14

5.6..... Vyjádření

výsledků.....
..... 15

5.7.....

Preciznost.....
..... 15

**6..... Metoda B2 - Odpaření vody za použití vyhřívané vzorkovací
lahvičky..... 15**

6.1..... Podstata

zkoušky.....
..... 15

6.2.....

Činidla.....
..... 16

6.3..... Zařízení

a pomůcky.....
..... 16

6.4..... Příprava zkušebního

vzorku.....
. 18

6.5..... Postup

zkoušky.....
..... 18

6.5.1... Příprava

aparatury.....
..... 18

6.5.2... Kontrola

zařízení.....
..... 18

6.5.3...

Stanovení.....
..... 18

6.6..... Vyjádření

výsledků.....
..... 20

6.7.....

Preciznost.....
..... 20

7..... Metoda C - Manometrická metoda.....	20
7.1..... Podstata zkoušky.....	20
7.2..... Činidlo.....	20
7.3..... Zařízení a pomůcky.....	21
7.4..... Příprava zkušební vzorku.....	21
7.5..... Postup zkoušky.....	21
7.5.1... Zařízení.....	21
7.5.2... Odplynění.....	22
7.5.3... Kalibrace.....	23
7.5.4... Stanovení.....	24
7.6..... Vyjádření výsledků.....	24
7.7..... Preciznost.....	24
8..... Metoda D - Zjištění vody použitím cely s oxidem fosforečným.....	25
8.1..... Podstata	

zkoušky.....	26
8.2.....	
Činidla.....	25
8.3.....	
Přístroje.....	25
8.4..... Příprava zkušební vzorku.....	26
8.5..... Postup zkoušky.....	26
8.5.1... Příprava přístroje.....	26
8.5.2... Propláchnutí systému.....	26
8.5.3... Korekce měření.....	27
8.5.4... Faktor cely.....	27
8.5.5... Kontrola zařízení.....	27
8.5.6... Stanovení.....	27
8.6..... Vyjádření výsledků.....	28
8.7..... Preciznost.....	28
9..... Metoda E - Stanovení obsahu vody metodou hydridu vápenatého.....	28

9.1..... Princip zkoušky.....	28
9.2..... Činidla.....	29
9.3..... Přístroje.....	29
9.4..... Příprava zkušebního vzorku.....	30
9.5..... Postup zkoušky.....	30
9.5.1... Kontrola zařízení.....	30
9.5.2... Kalibrace.....	30
9.5.3... Stanovení.....	30
9.5.4... Vyjádření výsledků.....	31
9.6..... Preciznost.....	31
Příloha A (informativní) Alternativní metody přípravy vzorků a titrační metody.....	32
Příloha B (informativní) Výběr optimální teploty ohřevu a doby ohřevu pro stanovení obsahu vody.....	33
Příloha C (normativní) Stanovení obsahu vody ve standardu vody.....	35
Bibliografie.....	36

Předmluva

ISO (Mezinárodní organizace pro normalizaci) je celosvětová federace národních normalizačních orgánů (členů ISO). Mezinárodní normy obvykle vypracovávají technické komise ISO. Každý člen ISO, který se zajímá o předmět, pro který byla vytvořena technická komise, má právo být v této technické komisi zastoupen. Práce se zúčastňují také vládní i nevládní mezinárodní organizace, s nimiž ISO navázala pracovní styk. ISO úzce spolupracuje s Mezinárodní elektrotechnickou komisí (IEC) ve všech záležitostech normalizace v elektrotechnice.

Postupy použité při tvorbě tohoto dokumentu a postupy určené pro jeho další udržování jsou popsány ve směrnících ISO/IEC, část 1. Zejména se má věnovat pozornost rozdílným schvalovacím kritériím potřebným pro různé druhy dokumentů ISO. Tento dokument byl vypracován v souladu s redakčními pravidly uvedenými ve směrnících ISO/IEC, část 2 (viz www.iso.org/directives).

Upozorňuje se na možnost, že některé prvky tohoto dokumentu mohou být předmětem patentových práv. ISO nelze činit odpovědnou za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv. Podrobnosti o jakýchkoliv patentových právech identifikovaných během přípravy tohoto dokumentu budou uvedeny v úvodu a/nebo v seznamu patentových prohlášení obdržných ISO (viz www.iso.org/patents).

Jakýkoliv obchodní název použitý v tomto dokumentu se uvádí jako informace pro usnadnění práce uživatelů a neznamená schválení.

Vysvětlení nezávazného charakteru technických norem, významu specifických termínů a výrazů ISO, které se vztahují k posuzování shody, jakož i informace o tom, jak ISO dodržuje principy Světové obchodní organizace (WTO) týkající se technických překážek obchodu (TBT), jsou uvedeny na tomto odkazu URL: www.iso.org/iso/foreword.html.

Tento dokument vypracovala technická komise ISO/TC 61 *Plasty*, subkomise SC 5 *Fyzikálně chemické vlastnosti*.

Toto páté vydání zrušuje a nahrazuje čtvrté vydání (ISO 15512:2016), které bylo technicky revidováno. Hlavní změny proti předchozímu vydání jsou následující:

- byly přidány dvě alternativní metody pro stanovení vody (Metoda D a E);

Jakákoli zpětná vazba nebo otázky týkající se tohoto dokumentu mají být adresovány národnímu normalizačnímu orgánu uživatele. Úplný seznam těchto orgánů lze nalézt na adrese www.iso.org/members.html.

Úvod

Srovnatelnost stanovení obsahu vody mezi laboratořemi je často nízká. Hlavními příčinami jsou zabalení vzorku, manipulace se vzorkem a rozdíly mezi zařízením a nastavením. Vzorky by měly být zabaleny např. ve speciálních skleněných nádobách nebo utěsněných sáčcích nepropustných pro vodu. Manipulovat se vzorkem by se mělo v prostředí suchého dusíku nebo vzduchu. Postupy uvedené v tomto dokumentu je třeba přesně dodržovat, aby se zvýšila opakovatelnost a reprodukovatelnost.

U metody odpařování popsané v tomto dokumentu není uvedeno, jaká teplota má být nastavena. U manometrické metody se obvykle používá 200 °C. Pro některé kondenzační materiály však tato teplota může být příliš vysoká a mohla by způsobit tvorbu vody např. v důsledku kondenzační reakce.

Teplota ohřevu by měla být optimalizována podle zkoušeného materiálu, použitého zařízení a okolností vyskytujících se v praxi. Pokud je teplota příliš nízká, celkové množství vody ve zkoušeném materiálu se zcela neodpaří, zatímco vysoké teploty mohou zapříčinit tvorbu vody v důsledku jevů, jako jsou degradace nebo kondenzační reakce.

Do tohoto dokumentu byl zahrnut postup optimalizace teploty ohřevu, aby mohla být vybrána správná teplota pro stanovení obsahu vody a zvýšena srovnatelnost mezi laboratořemi.

1 Předmět normy

Tento dokument specifikuje metody pro stanovení obsahu vody v plastech ve formě prášku, granulí nebo konečných výrobků. Těmito metodami se nezkouší nasákavost plastů vodou (kinetická a rovnovážná) tak, jak se měří podle ISO 62.

Metoda A je vhodná pro stanovení obsahu vody nižší než 0,1 % s přesností 0,1 %. Metody B a C jsou vhodné pro stanovení obsahu vody nižší než 0,01 % s přesností 0,01 %. Metoda D je vhodná pro stanovení obsahu vody nižší než 0,01 % s přesností 0,01 %. Metoda E je vhodná pro stanovení obsahu vody nižší než 0,001 % s přesností 0,001 %. Uvedené přesnosti jsou detekčními limity, které závisejí také na maximální možné hmotnosti vzorku. Obsah vody je vyjádřen jako procentuální hmotnostní zlomek vody.

Metoda D je vhodná pro polyamid (PA), polykarbonát (PC), polypropylen (PP), polyethylen (PE), epoxidovou pryskyřici, polyethylentereftalát (PET), polyester, polytetrafluorethylen (PTFE), polyvinylchlorid (PVC), polymer kyseliny mléčné (PLA), polyamidimid (PAI), nedoporučuje se zvláště pro vzorky, které mohou uvolňovat NH_3 . Metody A, B, C a E jsou obecně vhodné pro všechny typy plastů a stupňů vlhkosti.

Obsah vody je důležitým parametrem při zpracování materiálů a měl by být udržován pod hodnotou předepsanou v příslušné materiálové normě.

V tomto dokumentu je specifikováno šest alternativních metod.

- Metoda A je metoda extrakční, používající bezvodý methanol s následným stanovením extrahované vody titrací podle Karla Fischera. Lze ji použít pro všechny plasty a je použitelná pro granule menší než $4 \text{ mm} \times 4 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$. Metoda se může také použít např. pro předpolymerované materiály ve formě prášku, které jsou nerozpustné v methanolu.
- Metoda B1 je založena na principu odpařování vody pomocí trubkové sušárny. Voda obsažená ve zkušebním vzorku se odpařuje a přivádí se do titrační nádoby pomocí suchého vzduchu nebo dusíku jako nosného plynu, s následným stanovením shromážděné vody titrací podle Karla Fischera nebo coulometrickým stanovením pomocí čidla vlhkosti. Lze ji použít pro všechny plasty a je použitelná pro granule menší než $4 \text{ mm} \times 4 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$.
- Metoda B2 je založena na principu odpařování vody pomocí vyhřívané vzorkovací lahvičky. Voda obsažená ve zkušebním vzorku se odpařuje a přivádí se do titrační nádoby pomocí suchého vzduchu nebo dusíku jako nosného plynu, s následným stanovením shromážděné vody titrací podle Karla Fischera. Lze ji použít pro všechny plasty a je použitelná pro granule menší než $4 \text{ mm} \times 4 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$.
- Metoda C je metoda manometrická. Obsah vody se stanoví z nárůstu tlaku způsobeného odpařováním vody za vakua. Metoda není vhodná pro vzorky plastů obsahujících těkavé látky, jiné než vodu, v takovém množství, které významně přispívá ke zvýšení tlaku par při teplotě okolí. Prověřování týkající se přítomnosti větších množství těkavých látek by se mělo provádět periodicky, např. metodou plynové chromatografie. Toto prověřování se vyžaduje zejména u nových typů nebo kvalitativních druhů materiálu.
- Metoda D je termocoulometrická metoda používající k detekci odpařené vody čidlo s oxidem fosforečným (P_2O_5). Voda obsažená ve zkoušeném podílu vzorku se odpařuje a přivádí se do senzorového čidla pomocí suchého vzduchu nebo dusíku jako nosného plynu, následuje

coulometrické stanovení shromážděné vody. Tato metoda nelze použít na vzorky plastů obsahující těkavé sloučeniny jiné než voda v množství, které významně přispívá ke zvýšení tlaku par při pokojové teplotě. To se týká zvláště těkavých složek, které mohou reagovat s kyselým povlakem čidla s oxidem fosforečným, např. amoniak nebo jakýkoli druh aminů. Pravidelně se musí kontrolovat přítomnost velkého množství těkavých sloučenin. Tyto kontroly jsou vyžadovány zejména u nových typů nebo tříd materiálu.

- Metoda E je metoda založená na hydridu vápenatém. Obsah vody ve vzorku se odpařuje v důsledku kombinace vakua a zahřívání. Odpařená voda reaguje s hydridem vápenatým na molekulární vodík a hydroxid vápenatý. Vodík způsobuje zvýšení tlaku ve vakuu, který je úměrný odpařené vodě. Těkavé složky, které nereagují s hydridem vápenatým, kondenzují v chladičích jímce a neovlivňují měření.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.