11736-78

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПЛАСТМАССЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

ГОСТ 11736—78

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.5.01 : 546.212.06 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПЛАСТМАССЫ

Метод определения содержания воды

ГОСТ 11736—78*

Plastics. Method for determination of water content

Взамен ГОСТ 11736—68

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 марта 1978 г. № 838 срок действия установлен с 01.07.79

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 04.01.84 № 8 срок действия продлен до 01.07.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на полимеризационные и поликонденсационные пластмассы в виде гранул, бисера, порошка, латекса, дисперсии и устанавливает метод определения содержания воды электрометрическим титрованием реактивов Фишера.

Сущность метода заключается во взаимодействии воды, содержащейся в пластмассе, с реактивом Фишера после ее растворения или экстракции воды растворителями.

Стандарт не распространяется на полиамидные и карбамидные смолы.

Диапазон определяемого содержания воды 0,005—80%.

Относительная погрешность метода 5%.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

Прибор для микроопределения воды типа ПМВ или титрометрический анализатор «Влага», или любой другой титратор аналогичного типа, пригодный для титрования реактивом Фишера.

Колбы Кн-1—100—19/26 ТС ГОСТ 25336—82, снабженные пробками с двумя стеклянными трубками, изогнутыми под прямым углом по чертежу.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

* Переиздание февраль 1984 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1984 г. (ИУС 4—84).

© Издательство стандартов, 1985

Эксикатор 2—250 ГОСТ 25336—82.

Пробирки П 40—17—80—14/23 ХС ГОСТ 25336—82.

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804—72, марки Мг 96.

Метанол-яд по ГОСТ 2222—78 или по ГОСТ 6995—77, осушенный или перегнанный по п. 1 рекомендуемого приложения 2.

Метилен хлористый технический по ГОСТ 9968—73, осушенный и перегнанный по п. 2 рекомендуемого приложения 2.

Окись кальция по ГОСТ 8677—76, ч.д.а.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, ч.

Реактив Фишера.

Пиридин по ГОСТ 13647—78, ч.д.а., осушенный и перегнанный по п. 3 рекомендуемого приложения 2.

Иод по ГОСТ 4159—79, ч.

Бензол по ГОСТ 5955—75, ч.д.а.

Изатин, ч.д.а.



(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Включение прибора, подготовка к работе и порядок работы проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

2.2. Реактив Фишера готовят согласно прилагаемой к нему инструкции.

Водный эквивалент реактива Фишера устанавливают через 24 ч после его приготовления, последующие определения проводят не реже одного раза в сутки.

В ячейку для титрования наливают растворитель в количестве, необходимом для погружения платиновых электродов. Растворитель выбирают в зависимости от типа анализируемого материала по таблице обязательного приложения 1. Отверстие ячейки плотно закрывают пробкой и воду, содержащуюся в растворителе и адсорбированную стенками колбы и электродами, оттитровывают реактивом Фишера до точки эквивалентности. Количество реактива Фишера, израсходованное на это титрование, не фиксируют.

Из капельницы через отверстие для ввода проб в оттитрованный растворитель вносят одну каплю воды и отверстие закрывают

пробкой. Капельницу до и после взятия навески воды взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Массу воды определяют по разности взвешиваний.

Проводят титрование до точки эквивалентности. Объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, определяют по разности показаний микробюретки до и после титрования. Проводят не менее трех параллельных определений.

Водный эквивалент (титр) реактива Фишера (T) в г/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса воды, г;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, см³.

За водный эквивалент принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,00004 г/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение содержания воды с предварительным растворением или экстракцией

Колбу для экстракции воды или растворения навески анализируемого материала тщательно высушивают и взвешивают. Наружные концы трубок соединяют резиновой трубкой.

От 1,0 до 10 г анализируемого материала, в зависимости от предполагаемого содержания воды, помещают в колбу, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, добавляют 50 см³ растворителя и вновь взвешивают с той же погрешностью. Содержимое при периодическом перемешивании оставляют на 7 ч при определении содержания воды в гранулах, на 1 ч — в бисере, на 15 мин — в порошке и до полного растворения — в эпоксидных смолах, поливинилацеталях, в пластмассах на основе производных акриловой и метакриловой кислот, для полистирольных пластмасс — на 1 ч при определении воды в гранулах и на 20 мин — в бисере.

В отверстие для ввода проб ячейки для титрования, содержащей необходимый растворитель, оттитрованный реактивом Фишера, вставляют конец стеклянной трубки от колбы с анализируемым материалом. С помощью осушенного воздуха, подаваемого через осушительную систему, заполненную безводным хлористым кальцием или другим осушителем, анализируемый раствор вводят в титратор до отклонения стрелки регистрирующего прибора от точки эквивалентности. После этого колбу отсоединяют и взвешивают. Массу пробы устанавливают по разности взвешиваний.

После тщательного перемешивания раствор титруют реактивом Фишера. Параллельные титрования проводят внесением новой пробы анализируемого раствора к уже оттитрованному раствору в ячейку, не обновляя растворителя.

Воду, содержащуюся в растворителе, взятом для экстракции, определяют таким же образом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Определение содержания воды экспресс-методом

Анализируемый материал в виде порошка, латекса или дисперсии помещают в чистую пробирку с пробкой, предварительно высушенную и хранящуюся в эксикаторе, и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. В ячейку с растворителем, оттитрованным реактивом Фишера, через отверстие для ввода проб из пробирки вводят анализируемый материал до отклонения стрелки регистрирующего прибора от точки эквивалентности. Пробирку закрывают пробкой и снова взвешивают с той же погрешностью. Массу пробы устанавливают по разности взвешиваний.

Воду, содержащуюся в анализируемой пробе, оттитровывают реактивом Фишера. Параллельные титрования проводят внесением новой пробы анализируемого материала к уже оттитрованному раствору в ячейку, не обновляя растворителя.

В 100 см³ растворителя подряд проводят анализ такого количества проб, которые имеют общую массу не более 40 г.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю воды (X_1) в процентах с предварительной экстракцией вычисляют по формуле

$$X_1 = \left[\frac{\frac{m \cdot V}{m_1} - \frac{m \cdot V_1}{m_2}}{m_3} \right] \cdot T \cdot 100,$$

где m — масса растворителя, взятая для экстракции, г;

m_1 — масса растворителя после экстракции, взятая для титрования, г;

m_2 — масса растворителя до экстракции, взятая для титрования, г;

m_3 — масса навески анализируемого материала, г;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование массы m_1, см³;

V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование массы m_2, см³;

T — водный эквивалент реактива Фишера, г/см³.

4.2. Массовую долю воды (X_2) в процентах с предварительным растворением вычисляют по формуле

$$X_2=\left[\frac{\frac{m\cdot V}{m_1}-\frac{(m-m_3)\cdot V_1}{m_2}}{m_3}\right]\cdot T\cdot 100,$$

где m — общая масса растворителя и анализируемого материала, г;

m_1 — масса раствора анализируемого материала, взятая для титрования, г;

m_2 — масса растворителя, взятая для титрования, г;

m_3 — масса навески анализируемого материала, г;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование массы m_1, см³;

V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование массы m_2, см³;

T — водный эквивалент реактива Фишера, г/см³.

4.3. Массовую долю воды (X_3) в процентах по экспресс-методу вычисляют по формуле

$$X_3=\frac{V\cdot T\cdot 100}{m},$$

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование анализируемого материала, см³;

T — водный эквивалент реактива Фишера, г/см³;

m — масса навески анализируемого материала, г.

4.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 5% отн.

4.5. Результаты анализов записывают в протокол, который должен содержать следующие данные: наименование и марку анализируемого материала, номер партии, наименование предприятия-изготовителя;

наименование растворителя в ячейке для титрования;

наименование растворителя, применяемого для растворения или экстракции воды из анализируемого материала; его массу, взятую для определения в нем воды в граммах, а также объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, в кубических сантиметрах;

масса анализируемого материала, взятая для анализа, в граммах;

общая масса растворителя и анализируемого материала, в граммах;

масса пробы анализируемого материала, взятая для титрования, в граммах, и объем реактива Фишера, израсходованный на ее титрование, в кубических сантиметрах;

объем реактива Фишера, израсходованный на титрование в экспресс-методе, кубических сантиметрах;

водный эквивалент реактива Фишера в граммах на кубические сантиметры,

результаты проведенных анализов.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

Наименование материала	Растворитель		Растворимость
	для заполнения ячейки титратора	для растворения или экстрагирования анализируемого материала	
1. Фенолоформальдегидные смолы	Метанол	Метанол	Набухают
2. Эпоксидные смолы	Пиридин с метанолом 1 : 1 (по объему)	Пиридин с метанолом 1 : 1 (по объему)	Растворяются
3. Полиолефины	Метанол	Метанол	Не набухают
4. Полистирол и его сополимеры	Метанол с метиленхлоридом 1 : 1 (по объему)	Метанол с метиленхлоридом 1 : 1 (по объему)	Набухают
5. Фторопласты (порошок)	Метанол	Метанол	Не набухают
6. Поливинилхлориды	Метанол	Метанол	Не набухают
7. Поливиниловый спирт	Метанол	Метанол	Не набухает
8. Поливинилацетат	Метанол с метиленхлоридом 1 : 1 (по объему)	Метанол с метиленхлоридом 1 : 1 (по объему)	Набухает. При определении воды в поливинилацетатном лаке навеску лака вносят непосредственно в ячейку для титрования, заполненную метанолом
9. Поливинилацетали	Метанол с метиленхлоридом 1 : 1 (по объему)	Метанол с метиленхлоридом 1 : 1 (по объему)	Растворяются или набухают
10. Полиметилметакрилат, полиакрилаты и их производные	Метанол с метиленхлоридом 1 : 1 (по объему)	Метанол с метиленхлоридом 1 : 1 (по объему)	Растворяются или набухают

Примечание. Содержание воды в растворителях, применяемых для растворения или экстрагирования воды из анализируемого материала не должно превышать 0,02%.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ПРИГОТОВЛЕНИЕ БЕЗВОДНЫХ РЕАКТИВОВ

1. Приготовление безводного метанола

Безводный метанол получают обработкой его метилатом магния, который, реагируя с водой, находящейся в метаноле, дает гидроокись магния. В круглодонную колбу вместимостью 1 дм³, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г магния в стружках, 0,5 г йода и вливают 250—300 см³ метанола. При этом происходит энергичное выделение водорода. Если водород выделяется слабо, то смесь слегка нагревают на водяной бане до тех пор, пока весь магний превратится в метилат магния.

Затем через верхнюю часть холодильника приливают в колбу 500—600 см³ метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Безводный метанол перегоняют, используя елочный дефлегматор. В склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую в пределах 64—65,5°С (при давлении 101330 Па). При перегонке применяют все меры предосторожности против попадания влаги воздуха в метанол.

2. Приготовление безводного хлористого метилена

Безводный хлористый метилен получают осушкой хлористым кальцием или окисью кальция с последующей перегонкой при нагревании на водяной бане. Собирают фракцию, кипящую в пределах 40—42°С (при давлении 101330 Па).

3. Приготовление безводного пиридина

Осушку пиридина проводят азеотропной отгонкой воды с бензолом. Для этого в круглодонную колбу вместимостью 1 дм³ вносят 500 см³ пиридина и 100 см³ бензола без тиофена (реакция с изатином: кристаллик изатина смачивают несколькими миллилитрами концентрированной серной кислоты, затем приливают бензол, в присутствии тиофена появляется синяя окраска). Содержимое колбы тщательно взбалтывают в течение 5—10 мин и подвергают разгонке, используя при этом елочный дефлегматор. Затем в склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую при 114—116°С (при давлении 101330 Па).

Приготовление безводных реактивов допускается проводить любым другим методом, обеспечивающим осушку реактивов до содержания в них воды не более 0,02%.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в печ. 29.01.85 0,5 п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,46 уч.-изд. л.
Тираж 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндаугу, 12/14. Зак. 4242

gost.e-ecolog.ru