ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЛИАМИДЫ

МАНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

ГОСТ 25055—87

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.675.501 : 543.812 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЛИАМИДЫ

Манометрический метод определения воды

Polyamides. Manometrical method for water determination

ГОСТ 25055—87

ОКСТУ 2209

Срок действия с 01.01.89
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на полиамиды в гранулах и устанавливает манометрический метод определения массовой доли воды.

Сущность метода заключается в измерении давления паров воды, выделяющейся при нагревании полиамида в вакууме. Давление паров воды прямо пропорционально массовой доле воды. Метод применяется для определения массовой доли воды не более 5%.

Стандарт не распространяется на полиамиды наполненные, пластифицированные и порошкообразные.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод и место отбора проб, массу проб и условия их хранения, исключающие попадание влаги из воздуха, указывают в нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

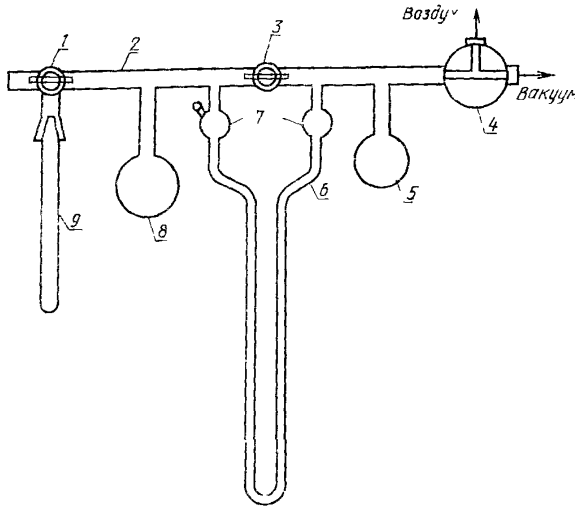
2. СРЕДСТВА АНАЛИЗА

Установка лабораторная (см. чертеж), состоящая из стеклянной трубки *2*; вакуумных одноходовых *3*, двухходовых *1*, трехходовых *4* кранов по ГОСТ 7995—80 или других нестандартных кранов, обеспечивающих герметичность установки; колб *8* и *5* для улавливания выделяющихся паров воды вместимостью 2 и 0,5 л; *U*-образной трубки *6* длиной 300 мм (масляный манометр) с ша-

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1987



рообразными расширениями 7 в верхней части для улавливания масла; пробирки 9 для образца длиной 180 мм внешним диаметром 17—18 мм; вакуумного насоса типа НВР по ГОСТ 14707—82 или другого, имеющего аналогичные характеристики; нагревательного устройства; автотрансформатора регулировочного типа ЛАТР-2; ртутного манометра с ценой деления шкалы 1 мм, термометра по ГОСТ 215—73 группы 1 № 4 или 5.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Баня масляная (кремнийорганическая) или другое терморегулирующее устройство, обеспечивающее температуру (220±5)°С.

Тигель ТКПН-100 по ГОСТ 19908—80.

Жидкости полиэтиленсилоксановые по ГОСТ 13004—77 типа ПЭС-5.

Эфир дибутиловый или хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931—74, ч. д. а. или х. ч. или медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78.

Смазка вакуумная любая, обеспечивающая герметичность установки.

Кальций хлористый плавленный.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие, имеющие аналогичные метрологические характеристики.

Печь муфельная или шкаф сушильный.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Проверка установки на герметичность

Краны и шлифы установки тщательно протирают тампоном, смоченным эфиром или хлороформом, смазывают вакуумной смазкой и плотно притирают так, чтобы краны вращались без рывков и скрипа.

Затем поворотом крана *1* соединяют пустую пробирку с установкой, поворотом крана *3* соединяют колбы *8* и *5*. Поворотом крана *4* соединяют установку с вакуумным насосом, открывают кран ртутного манометра и после этого включают вакуум-насос. Всю систему разряжают до остаточного давления не более 100 Па (0,7 мм рт. ст.) по манометру.

По достижении указанного давления медленно, не допуская резкого скачка ртути в манометре, поворотом крана *4* отсоединяют установку от вакуум-насоса и соединяют вакуум-насос с воздухом.

Выключают вакуум-насос, перекрывают кран ртутного манометра и кран *8* и оставляют на (1,0±0,1) ч. Установка считается герметичной, если по истечении этого времени разница уровней в масляном манометре не будет превышать 2 мм.

3.2. Определение массовой доли воды в молибденовокислом натрии

Около 6,500—7,500 г молибденовокислого натрия помещают в тигель, прокаленный до постоянной массы, и высушивают в муфельной печи при температуре (200±5)°С в течение (1,0±0,1) ч. Затем тигель охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием и взвешивают таким же образом.

Массовую долю воды (W) в процентах вычисляют по формуле

$$W = \frac{m_0 - m}{m_0} \cdot 100,$$

где m_0 — масса молибденовокислого натрия до прокаливания, г;

m — масса молибденовокислого натрия после прокаливания, г.

3.3. Определение константы пропорциональности установки

Около 0,030—0,040 г молибденовокислого натрия помещают в пробирку, которую присоединяют к установке. При этом кран *1* должен быть закрыт. Открывают кран *3*, поворотом крана *4* соединяют установку с вакуум-насосом, открывают кран ртутного манометра и включают вакуум-насос.

Систему вакуумируют до установления остаточного давления не более 100 Па (0,7 мм рт. ст.), затем открывают кран *1*. Уровни жидкости в масляном манометре при этом меняются. Когда уровни жидкости вновь будут одинаковыми, то медленно, не до-

пуская резкого скачка ртути в манометре насоса, поворачивают кран *4*, отсоединяя установку от вакуум-насоса и соединяя насос с воздухом. Затем выключают вакуум-насос, перекрывают кран ртутного манометра и кран *3*.

Под пробирку подводят масляную баню таким образом, чтобы нагревалась только та часть пробирки, в которую помещена навеска. Температура нагрева (200±5)°С.

Отмечают разность уровней в масляном манометре, измеряя ее с погрешностью не более 1 мм. Определение заканчивают, когда разность остается постоянной и не изменяется в течение (10±2) мин. Снова фиксируют разницу уровней жидкости в манометре.

Сначала прекращают нагрев, затем открывают кран *3* и, медленно поворачивая кран *4*, соединяют установку с воздухом, не допуская резкого подскока жидкости в масляном манометре. После этого отсоединяют пробирку от установки и закрывают кран *1*.

Константу пропорциональности (K), г · %/мм, вычисляют по формуле

$$K = \frac{m \cdot W}{p},$$

где m — масса молибденовокислого натрия, г;

W — массовая доля воды в молибденовокислом натрии, %;

p — разность уровней жидкости в масляном манометре, мм.

За константу пропорциональности принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми относительно среднего не должно превышать 3%.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Определение массовой доли воды в полиамиде проводят, как указано в п. 3.3. При этом навеску полиамида и температуру ее нагрева выбирают по табл. 1, 2.

Таблица 1

Ожидаемая массовая доля воды, %	Масса полиамида, г
1,5	0,200—0,300
1,0	0,300—0,500
0,5	0,500—1,000
0,2	1,500—2,500
0,05	5,000

Таблица 2

Марка полиамида	Температура, °С
ПА-6, ПА-610, АК-80/20, АК-93/7	195±5
ПА-66	220±5
ПА-12	165±5

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K \cdot p}{m},$$

где K — константа пропорциональности, г · %/мм;

p — разность уровней жидкости в масляном манометре, мм;

m — масса полиамида, взятая для анализа, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений, округленное до 0,01 %, допускаемое расхождение между которыми относительно среднего не должно превышать 12 %.

5.2. Результаты анализа записывают в протокол, который должен содержать:

наименование и марку полиамида по нормативно-технической документации;

условия проведения анализа (навеска, температура);

результаты анализа каждой пробы и их среднее значение;

дату проведения анализа и обозначение настоящего стандарта.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Г. И. Файдель, канд. техн. наук; **А. И. Малышев**, канд. хим. наук; **Н. А. Хачапуридзе**, канд. хим. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 2850

3. ВЗАМЕН ГОСТ 25055—81.

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 215—73	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 7995—80	2
ГОСТ 10931—74	2
ГОСТ 13004—77	2
ГОСТ 14707—82	2
ГОСТ 19908—80	2
ГОСТ 20015—74	2
ГОСТ 24104—80	2
ГОСТ 25336—82	2

Редактор *Н П Щукина*
Технический редактор *О Н Никитина*
Корректор *Е И Морозова*

Сдано в наб 27 07 87 Подп к печ 03 09 87 0 5 усл п л 0 5 усл кр отт 0,34 уч изд л
Тир 8000 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП Новопресненский пер , 3
Тип. «Московский печатник» Москва, Лялин пер , 6 Зак 1009

Группа Л29

Изменение № 1 ГОСТ 25055—87 Полиамиды. Манометрический метод определения воды

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.03.90 № 426

Дата введения 01.07.91

На обложке и первой странице под обозначением стандарта проставить обозначение: **(СТ СЭВ 6581—89)**

(Продолжение см. с. 260)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25055—87)

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на полиамиды и устанавливает манометрический метод определения воды в гранулах и изделиях.

Метод заключается в измерении давления паров воды, выделяющейся при нагревании полиамида в закрытой емкости при установленных значениях температуры и вакуума, обеспечивающих полное испарение воды. Давление паров воды прямо пропорционально массовой доле воды».

Раздел 2. Первый абзац. Исключить слова: «типа НВР по ГОСТ 14707—82 или другого, имеющего аналогичные характеристики»;

(Продолжение см. с. 261)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25055—87)

заменить слова и ссылку: «по ГОСТ 215—73 группы 1 № 4 или 5» на «по ГОСТ 27544—87 с ценой деления не более 1 °С», ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88.

Пункт 3.1. Четвертый абзац. Заменить слова: «кран *8*» на «кран *3*».

Раздел 4. Таблицы 1, 2 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Ожидаемая массовая доля воды (X), %	Масса полиамида (m), г
$X \geqslant 1$	$0{,}5 > m \geqslant 0{,}2$
$0{,}5 \leqslant X < 1$	$1{,}0 > m \geqslant 0{,}5$
$0{,}2 \leqslant X < 0{,}5$	$2{,}5 > m \geqslant 1{,}0$
$0{,}1 \leqslant X < 0{,}2$	$4{,}0 > m \geqslant 2{,}5$
$X < 0{,}1$	$m \geqslant 5{,}0$

(Продолжение см. с. 262)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25055—87)

Таблица 2

Марка полиамида	Температура, °С
ПА-12	170±5
ПА-6, ПА-610, ПА-66 АК-80/20, АК-93/7	195±5

(ИУС № 6 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru