

DIN EN ISO 15512

ICS 83.080.01

Ersatz für
DIN EN ISO 15512:2014-12

**Kunststoffe –
Bestimmung des Wassergehaltes (ISO 15512:2016);
Deutsche Fassung EN ISO 15512:2016**

Plastics –
Determination of water content (ISO 15512:2016);
German version EN ISO 15512:2016

Plastiques –
Dosage de l'eau (ISO 15512:2016);
Version allemande EN ISO 15512:2016

Gesamtumfang 39 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 15512:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 054-01-03 AA „Physikalische, rheologische und analytische Prüfungen“ im DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen.

ISO 62	siehe	DIN EN ISO 62
ISO 307	siehe	DIN EN ISO 307
ISO 1628-1	siehe	DIN EN ISO 1628-1
ISO 1628-2	siehe	DIN EN ISO 1628-2
ISO 1628-3	siehe	DIN EN ISO 1628-3
ISO 1628-5	siehe	DIN EN ISO 1628-5

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 15512:2014-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Norm wurde redaktionell überarbeitet;
- b) in 6.2.1 wurde der theoretische Wassergehalt des Natriummolybdat-Dihydrats in „14,9 % (Massenanteil)“ korrigiert.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 960: 1998-03
DIN EN ISO 15512: 2004-05, 2009-10, 2014-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 62, *Kunststoffe — Bestimmung der Wasseraufnahme*

DIN EN ISO 307, *Kunststoffe — Polyamide — Bestimmung der Viskositätszahl*

DIN EN ISO 1628-1, *Kunststoffe — Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter — Teil 1: Allgemeine Grundlagen*

DIN EN ISO 1628-2, *Kunststoffe — Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung unter Verwendung von Kapillarviskosimetern — Teil 2: Vinylchlorid-Polymere*

DIN EN ISO 1628-3, *Kunststoffe — Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter — Teil 3: Polyethylen und Polypropylen*

DIN EN ISO 1628-5, *Kunststoffe — Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung durch ein Kapillarviskosimeter — Teil 5: Thermoplastische Polyester (TP) Homopolymere und Copolymere*

— Leerseite —

Deutsche Fassung
Kunststoffe —
Bestimmung des Wassergehaltes
(ISO 15512:2016)

Plastics —
Determination of water content
(ISO 15512:2016)

Plastiques —
Dosage de l'eau
(ISO 15512:2016)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 29. September 2016 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Verfahren A — Extraktion mit wasserfreiem Methanol	8
3.1 Kurzbeschreibung	8
3.2 Reagenzien	8
3.3 Prüfeinrichtung	8
3.4 Vorbereitung der Analysenprobe	8
3.4.1 Granulat oder Pulver	8
3.4.2 Fertigerzeugnis	8
3.5 Durchführung	9
3.5.1 Vorsichtsmaßnahmen	9
3.5.2 Vorbereiten der Analysenmengen	9
3.5.3 Bestimmung	9
3.6 Auswertung der Ergebnisse	9
3.7 Präzision	10
4 Verfahren B1 — Wasserverdampfung unter Anwendung eines Rohrofens zum Aufheizen	10
4.1 Kurzbeschreibung	10
4.2 Reagenzien	10
4.3 Prüfeinrichtung	11
4.4 Vorbereitung der Analysenprobe	13
4.5 Durchführung	13
4.5.1 Vorsichtsmaßnahmen	13
4.5.2 Vorbereitung der Prüfeinrichtung	13
4.5.3 Überprüfung der Apparatur	14
4.5.4 Bestimmung	14
4.6 Auswertung der Ergebnisse	15
4.7 Präzision	15
5 Verfahren B2 — Wasserverdampfung unter Anwendung eines erhitzten Probenfläschchens	15
5.1 Kurzbeschreibung	15
5.2 Reagenzien	15
5.3 Prüfeinrichtung	16
5.4 Vorbereitung der Analysenprobe	18
5.5 Durchführung	19
5.5.1 Vorbereitung der Prüfeinrichtung	19
5.5.2 Überprüfung der Prüfapparatur	19
5.5.3 Bestimmung	19
5.6 Auswertung der Ergebnisse	21
5.7 Präzision	22
6 Verfahren C — Manometrisches Verfahren	22

6.1	Kurzbeschreibung.....	22
6.2	Reagenzien.....	22
6.3	Prüfeinrichtung.....	23
6.4	Vorbereitung der Analysenprobe.....	23
6.5	Durchführung	24
6.5.1	Prüfgeräte	24
6.5.2	Entgasung.....	25
6.5.3	Kalibrierung.....	26
6.5.4	Bestimmung.....	27
6.6	Auswertung der Ergebnisse.....	28
6.7	Präzision.....	29
7	Prüfbericht.....	29
Anhang A (informativ) Alternative Probenvorbereitungs- und Titrationsverfahren		30
A.1	Allgemeines	30
A.2	Titration in Lösung	30
A.3	Kontinuierliche Titration in Suspension	30
A.4	Diskontinuierliche Titration in Suspension.....	30
A.5	Externe Extraktion von Wasser.....	31
Anhang B (informativ) Auswahl der optimalen Aufheiztemperatur zur Bestimmung des Wassergehalts.....		32
B.1	Durchführung	32
B.2	Interpretation der Ergebnisse	33
Anhang C (normativ) Bestimmung des Wassergehalts eines Wasserstandards.....		34
Literaturhinweise.....		35

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 15512:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2017, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2017 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 15512:2014.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15512:2016 wurde vom CEN als EN ISO 15512:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword – Supplementary information (www.iso.org/iso/foreword.html).

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 61 *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties*.

Diese vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 15512:2014), welche in Form einer Minor Revision überarbeitet wurde, um Informationen in 6.2.1 zu aktualisieren.

Einleitung

Die Vergleichbarkeit der Bestimmungen des Wassergehalts in Kunststoffen im Ringversuch ist oft unzureichend. Die meisten Ursachen dafür sind die Verpackung und Handhabung der Probe sowie Unterschiede in der Apparatur und den Einstellungen. Die Proben müssen beispielsweise in speziellen Glasbehältern oder wasserdichten Beuteln verpackt werden. Die Proben sollten vorzugsweise in einer trockenen Stickstoff- oder Luftumgebung gehandhabt werden. Zur Verbesserung der Vergleich- und Wiederholpräzision sollte die in dieser Internationalen Norm vorgegebene Verfahrensweise genau eingehalten werden.

Für das Wasserverdampfungsverfahren sind in dieser Internationalen Norm keine Temperatureinstellungen festgelegt. Beim manometrischen Verfahren wird oft eine Temperatur von 200 °C angewendet. Für einige Kondensationsmaterialien könnte diese Temperatur jedoch zu hoch sein und beispielsweise zur Bildung von Wasser infolge einer Kondensationsreaktion führen.

Die Aufheiztemperatur muss hinsichtlich des zu prüfenden Werkstoffs, der verwendeten Apparatur und der praktischen Gegebenheiten optimiert werden. Ist die Temperatur zu niedrig, wird die Gesamtmenge an Wasser in dem zu prüfenden Werkstoff nicht vollständig verdampft sein, wogegen zu hohe Temperaturen Wasserbildung infolge solcher Reaktionen wie Zersetzung und Kondensation verursachen.

Zur Auswahl der richtigen Temperatur für die Bestimmung des Wassergehalts und zur Verbesserung der Vergleichbarkeit im Ringversuch wurde in dieser Internationalen Norm ein Verfahren zur Optimierung der Aufheiztemperatur aufgenommen.

1 Anwendungsbereich

1.1 Diese Internationale Norm legt Verfahren zur Bestimmung des Wassergehalts von Kunststoffen fest, die als Pulver, Granulat oder Fertigerzeugnis vorliegen. Bei diesen Verfahren wird nicht, wie nach ISO 62, die Wasseraufnahme (Kinetik und Gleichgewicht) von Kunststoffen geprüft.

Verfahren A ist für die Bestimmung des Wassergehalts bis hinab zu 0,1 % mit einer Messunsicherheit von 0,1 % geeignet. Verfahren B und C sind für die Bestimmung des Wassergehalts bis hinab zu 0,01 % mit einer Messunsicherheit von 0,01 % geeignet.

Der Wassergehalt ist ein wichtiger Parameter bei der Verarbeitung von Werkstoffen und muss stets unter dem in den entsprechenden Werkstoffnormen festgelegten Wert bleiben.

1.2 In dieser Internationalen Norm sind vier alternative Verfahren festgelegt:

- **Verfahren A** ist ein Extraktionsverfahren mit wasserfreiem Methanol und anschließender Titration des extrahierten Wassers nach dem Karl-Fischer-Verfahren. Es kann für alle Kunststoffe verwendet werden und ist auf Granulate mit einer Korngröße kleiner als $4\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ anwendbar. Das Verfahren kann auch z. B. auf Vorpolymer-Pulvermaterialien angewendet werden, die in Methanol unlöslich sind.
- **Verfahren B1** ist ein Verdampfungsverfahren unter Anwendung eines Rohrofens. Das in der Analysenmenge enthaltene Wasser wird verdampft und durch trockene Luft oder Stickstoff als Trägergas in die Titrationszelle überführt, in der anschließend die Titration des gesammelten Wassers nach dem Karl-Fischer-Verfahren erfolgt. Es kann für alle Kunststoffe verwendet werden und ist auf Granulate mit einer Korngröße kleiner als $4\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ anwendbar.
- **Verfahren B2** ist ein Verdampfungsverfahren unter Anwendung eines erhitzten Probenfläschchens. Das in der Analysenmenge enthaltene Wasser wird verdampft und durch trockene Luft oder Stickstoff als Trägergas in die Titrationszelle überführt, in der anschließend die Titration des gesammelten Wassers nach dem Karl-Fischer-Verfahren erfolgt. Es kann für alle Kunststoffe verwendet werden und ist auf Granulate mit einer Korngröße kleiner als $4\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ anwendbar.
- **Verfahren C** ist ein manometrisches Verfahren. Der Wassergehalt wird aus dem Druckanstieg nach dem Verdampfen des Wassers unter Vakuum bestimmt. Das Verfahren kann nicht auf Kunststoffproben angewendet werden, die andere flüchtige Bestandteile als Wasser in solchen Mengen enthalten, dass diese signifikant zum Dampfdruck bei Raumtemperatur beisteuern. In regelmäßigen Abständen ist, z. B. durch Gaschromatographie, die Anwesenheit großer Mengen an flüchtigen Bestandteilen zu überprüfen. Diese Überprüfungen sind besonders bei neuen Typen oder Klassen von Werkstoffen notwendig.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 760, *Determination of water — Karl Fischer method (General method)*

3 Verfahren A — Extraktion mit wasserfreiem Methanol

3.1 Kurzbeschreibung

Extraktion einer Analysenmenge mit wasserfreiem Methanol und Bestimmung des extrahierten Wassers durch Titration nach dem Karl-Fischer-Verfahren.

3.2 Reagenzien

Zur Analyse werden nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit verwendet.

3.2.1 Titriermittel, Methanol, wasserfrei, mit einem Wassergehalt von weniger als 0,1 % (Massenanteil). Andere Lösemittel können angewendet werden, wenn nachgewiesen ist, dass sie eine vergleichbare Wirkung haben.

3.2.2 Karl-Fischer-Reagenz, mit einem Äquivalenzfaktor von etwa 3 mg/ml bis 5 mg/ml Wasser. Wenn das Reagenz angesetzt ist, ist sein Äquivalenzfaktor nach ISO 760 zu bestimmen.

3.3 Prüfeinrichtung

Die üblichen Laborgeräte und die Folgenden.

3.3.1 Glaskolben, etwa 250 ml Nennvolumen, mit geeigneten Verschlüssen, um die Aufnahme oder Abgabe von Feuchte zu verhindern.

3.3.2 Erlenmeyer-Titrierkolben, etwa 150 ml Nennvolumen, mit Norm-Kegelschliffhülse und Kegelschliffstopfen.

3.3.3 Rückflusskühler, mit Kegelschliffhülse zum Aufsetzen auf die Titrierkolben (3.3.2) und auf die Trockenrohre (3.3.4).

3.3.4 Trockenrohre mit Kegelschliffverbindungen, gefüllt mit Calciumchlorid oder einem anderen geeigneten Trockenmittel.

3.3.5 Heizeinrichtung, geeignet für die Erlenmeyer-Titrierkolben (3.3.2).

3.3.6 Exsikkator mit einem geeigneten Trockenmittel.

3.3.7 Analysenwaage, Fehlergrenze 0,2 mg.

3.3.8 Karl-Fischer-Apparatur, zur Bestimmung des Wassergehalts nach ISO 760.

3.4 Vorbereitung der Analysenprobe

3.4.1 Granulat oder Pulver

Es ist eine repräsentative Analysenprobe von etwa 100 g zu entnehmen. Die Probe ist in einen vorge-trockneten Glaskolben (3.3.1) zu geben und sofort mit einem Stopfen zu verschließen.

ANMERKUNG Es ist ratsam, den Kolben in einem Trockenschrank vorzutrocknen und über einem geeigneten Trockenmittel abzukühlen.

3.4.2 Fertigerzeugnis

Die Analysenprobe ist in geeignete große Stücke, d. h. mit der maximalen Größe von 4 mm × 4 mm × 3 mm, zu schneiden oder zu zersägen. Dabei ist schnell vorzugehen, um die Aufnahme von Feuchte zu minimieren.