

DIN EN ISO 15512

ICS 83.080.01

Ersatz für
DIN EN ISO 15512:2017-03**Kunststoffe –
Bestimmung des Wassergehaltes (ISO 15512:2019);
Deutsche Fassung EN ISO 15512:2019**

Plastics –
Determination of water content (ISO 15512:2019);
German version EN ISO 15512:2019

Plastiques –
Dosage de l'eau (ISO 15512:2019);
Version allemande EN ISO 15512:2019

Gesamtumfang 48 Seiten

DIN-Normenausschuss Kunststoffe (FNK)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 15512:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN (Belgien) gehalten wird.

Das zuständige nationale 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 Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente 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 15512:2017-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme von alternativem Verfahren D — Wasserbestimmung mittels Diphosphorpentoxid-Zelle;
- b) Aufnahme von alternativem Verfahren E — Bestimmung des Wassergehaltes mittels Calciumhydrid.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 960: 1998-03

DIN EN ISO 15512: 2004-05, 2009-10, 2014-12, 2017-03

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 15512:2019)

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

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

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 4. Mai 2019 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, Serbien, 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Verfahren A — Extraktion durch wasserfreies Methanol	8
4.1 Kurzbeschreibung	8
4.2 Reagenzien	8
4.3 Prüfeinrichtung	9
4.4 Vorbereitung der Analysenprobe	9
4.4.1 Granulat oder Pulver	9
4.4.2 Fertigerzeugnis	9
4.5 Durchführung	9
4.5.1 Vorsichtsmaßnahmen	9
4.5.2 Vorbereitung der Analysenmengen	9
4.5.3 Bestimmung	10
4.6 Auswertung der Ergebnisse	10
4.7 Präzision	10
5 Verfahren B1 — Wasserverdampfung unter Anwendung eines Rohrofens zum Aufheizen	11
5.1 Kurzbeschreibung	11
5.2 Reagenzien	11
5.3 Prüfeinrichtung	11
5.4 Vorbereitung der Analysenprobe	13
5.5 Durchführung	13
5.5.1 Vorsichtsmaßnahmen	13
5.5.2 Vorbereitung der Prüfeinrichtung	13
5.5.3 Überprüfung der Prüfapparatur	14
5.5.4 Bestimmung	14
5.6 Auswertung der Ergebnisse	15
5.7 Präzision	15
6 Verfahren B2 — Wasserverdampfung unter Anwendung eines erhitzten Probenfläschchens	16
6.1 Kurzbeschreibung	16
6.2 Reagenzien	16
6.3 Prüfeinrichtung	17
6.4 Vorbereitung der Analysenprobe	18
6.5 Durchführung	19
6.5.1 Vorbereitung der Prüfeinrichtung	19
6.5.2 Überprüfung der Prüfapparatur	19
6.5.3 Bestimmung	19
6.6 Auswertung der Ergebnisse	22
6.7 Präzision	22
7 Verfahren C — Manometrisches Verfahren	22

7.1	Kurzbeschreibung.....	22
7.2	Reagenzien.....	23
7.3	Prüfeinrichtung.....	23
7.4	Vorbereitung der Analysenprobe.....	24
7.5	Durchführung	24
7.5.1	Prüfgeräte	24
7.5.2	Entgasung.....	25
7.5.3	Kalibrierung.....	26
7.5.4	Bestimmung.....	27
7.6	Auswertung der Ergebnisse.....	28
7.7	Präzision.....	29
8	Verfahren D — Bestimmung des Wassergehalts mittels einer Diphosphorpentoxidzelle	29
8.1	Kurzbeschreibung.....	29
8.2	Reagenzien.....	29
8.3	Prüfeinrichtung.....	30
8.4	Vorbereitung der Analysenprobe.....	31
8.5	Durchführung	32
8.5.1	Vorbereitung der Prüfeinrichtung.....	32
8.5.2	Spülung des Systems	32
8.5.3	Taramessung.....	32
8.5.4	Zellfaktor	32
8.5.5	Überprüfung der Prüfapparatur.....	32
8.5.6	Bestimmung.....	33
8.6	Auswertung der Ergebnisse.....	34
8.7	Präzision.....	34
9	Verfahren E — Bestimmung des Wassergehalts durch das Calciumhydrid-Verfahren.....	34
9.1	Kurzbeschreibung.....	34
9.2	Reagenzien.....	35
9.3	Prüfeinrichtung.....	35
9.4	Vorbereitung der Analysenprobe.....	36
9.5	Durchführung	36
9.5.1	Überprüfung der Prüfapparatur.....	36
9.5.2	Kalibrierung.....	37
9.5.3	Bestimmung.....	37
9.5.4	Auswertung der Ergebnisse.....	38
9.6	Präzision.....	38
10	Prüfbericht.....	38
Anhang A (informativ)	Alternative Probenvorbereitungs- und Titrationsverfahren	39
A.1	Allgemeines	39
A.2	Titration in Lösung	39
A.3	Kontinuierliche Titration in Suspension	39
A.4	Diskontinuierliche Titration in Suspension	39
A.5	Externe Extraktion von Wasser.....	40
Anhang B (informativ)	Auswahl der optimalen Aufheiztemperatur und der Aufheizzeit zur Bestimmung des Wassergehalts	41
B.1	Verfahren für die Einstellung der optimalen Temperatur.....	41
B.2	Interpretation der Ergebnisse	41
B.3	Einstellung der optimalen Aufheizzeit.....	42
Anhang C (normativ)	Bestimmung des Wassergehalts eines Wasserstandards.....	43
Literaturhinweise.....		44

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 15512:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2019, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2019 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 15512:2016.

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, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15512:2019 wurde von CEN als EN ISO 15512:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61, *Plastics*, Unterkomitee SC 5, *Physical-chemical properties*, erarbeitet.

Diese fünfte Ausgabe ersetzt die vierte Ausgabe (ISO 15512:2016), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentliche Änderung im Vergleich zur Vorgängerausgabe ist folgende:

— Aufnahme von zwei alternativen Verfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes (Verfahren D und E).

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Die Vergleichbarkeit der Bestimmungen des Wassergehalts in Kunststoffen im Ringversuch ist oft unzureichend. Die Hauptursachen dafür sind die Verpackung und Handhabung der Probe sowie Unterschiede in der Apparatur und den Einstellungen. Die Proben sollten 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 diesem Dokument vorgegebene Verfahrensweise genau eingehalten werden.

Für das Wasserverdampfungsverfahren sind in diesem Dokument 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.

Es ist notwendig, die Aufheiztemperatur in Abhängigkeit von dem zu prüfenden Werkstoff, der verwendeten Apparatur und den praktischen Gegebenheiten zu optimieren. 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 dieses Dokument ein Verfahren zur Optimierung der Aufheiztemperatur aufgenommen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument 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. Verfahren D ist für die Bestimmung des Wassergehalts bis hinab zu 0,01 % mit einer Messunsicherheit von 0,01 % geeignet. Verfahren E ist für die Bestimmung des Wassergehalts bis hinab zu 0,001 % mit einer Messunsicherheit von 0,001 % geeignet. Die angegebenen Messunsicherheiten sind Nachweisgrenzen, die außerdem von der größten möglichen Probenmasse abhängen. Der Wassergehalt wird als Massenanteil an Wasser in Prozent ausgedrückt.

Verfahren D ist geeignet für Polyamid (PA), Polycarbonat (PC), Polypropylen (PP), Polyethylen (PE), Epoxidharz, Polyethylenterephthalat (PET), Polyester, Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyvinylchlorid (PVC), Polylactid (PLA), Polyamidimid (PAI), wird jedoch insbesondere für Proben, die NH_3 freisetzen können, nicht empfohlen. Die Verfahren A, B, C und E sind im Allgemeinen für alle Arten von Kunststoffen und für jeden Feuchtegehalt geeignet.

Der Wassergehalt ist ein wichtiger Parameter bei der Verarbeitung von Werkstoffen, und es wird erwartet, dass er stets unter dem in den entsprechenden Werkstoffnormen festgelegten Wert bleibt.

In diesem Dokument sind sechs 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 z. B. auch 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 entweder die Titration des gesammelten Wassers nach dem Karl-Fischer-Verfahren oder eine coulometrische Bestimmung des gesammelten Wassers mit Hilfe eines Feuchtesensors erfolgt. Es kann auf alle Kunststoffe angewendet 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 auf alle Kunststoffe angewendet 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 beitragen. 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.

- **Verfahren D** ist ein thermo-coulometrisches Verfahren, das eine Diphosphorpentoxidzelle (P_2O_5) zum Nachweis von verdampftem Wasser nutzt. Das in der Analysenmenge enthaltene Wasser wird verdampft und durch trockene Luft oder Stickstoff als Trägergas in die Sensorzelle überführt, in der anschließend die coulometrische Bestimmung des gesammelten Wassers erfolgt. 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 beitragen. Dies bezieht sich vor allem auf flüchtige Bestandteile, die mit der säurehaltigen Beschichtung des Diphosphorpentoxid-Sensors reagieren können, z.B. Ammoniak oder andere Amine. In regelmäßigen Abständen ist die Anwesenheit großer Mengen an flüchtigen Bestandteilen zu überprüfen. Diese Überprüfungen sind besonders bei neuen Typen oder Klassen von Werkstoffen notwendig.
- **Verfahren E** ist ein Calciumhydrid-basiertes Verfahren. Der Wassergehalt einer Probe verdampft aufgrund einer Kombination von Vakuum und Aufheizung. Das verdampfte Wasser reagiert mit Calciumhydrid zu molekularem Wasserstoff und Calciumhydroxid. Der Wasserstoff verursacht einen Druckanstieg im Vakuum, der sich proportional zum verdampften Wasser verhält. Flüchtige Komponenten, die nicht mit Calciumhydrid reagieren, kondensieren in einer Kühlfalle und beeinträchtigen die Messung nicht.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Verfahren A — Extraktion durch wasserfreies Methanol

4.1 Kurzbeschreibung

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

4.2 Reagenzien

Zur Analyse werden nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit verwendet.

4.2.1 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.

4.2.2 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.

4.3 Prüfeinrichtung

Die üblichen Laborgeräte und die folgenden:

4.3.1 Glaskolben, etwa 250 ml Nennvolumen, mit einem geeigneten Verschluss, der die Aufnahme oder Abgabe von Feuchte verhindert.

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

4.3.3 Rückflusskühler mit Kegelschliffhülse zum Aufsetzen auf die Titrierkolben (4.3.2) und auf die Trockenrohre (4.3.4).

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

4.3.5 Heizeinrichtung, geeignet für die Erlenmeyer-Titrierkolben (4.3.2).

4.3.6 Exsikkator, der ein geeignetes Trockenmittel enthält.

4.3.7 Analysenwaage, Fehlergrenze 0,2 mg.

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

4.4 Vorbereitung der Analysenprobe

4.4.1 Granulat oder Pulver

Es ist eine repräsentative Analysenprobe von etwa 100 g zu entnehmen. Die Probe ist in einen vorgetrockneten Glaskolben (4.3.1) zu geben und sofort mit einem Stopfen zu verschließen.

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

4.4.2 Fertigerzeugnis

Die Analysenprobe ist in Stücke geeigneter Größe, 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.

4.5 Durchführung

4.5.1 Vorsichtsmaßnahmen

Aufgrund der geringen Menge an zu messendem Wasser ist zu jeder Zeit höchste Sorgfalt aufzubringen, um die Probe nicht mit Wasser aus dem Probenbehälter, der Atmosphäre oder der Übergabevorrichtung zu verunreinigen. Hygroskopische Harz-Analysenproben müssen gegen atmosphärische Einflüsse geschützt werden.

4.5.2 Vorbereitung der Analysenmengen

In Abhängigkeit vom geschätzten Wassergehalt der Analysenprobe sind Analysenmengen zu verwenden, die 10 mg bis 20 mg Wasser enthalten.

Mit modernen coulometrischen Karl-Fischer-Titriergeräten können Analysenmengen von weniger als 10 mg angewendet werden, wenn das gleiche Niveau der Genauigkeit der Ergebnisse erreicht werden kann.

4.5.3 Bestimmung

Die Apparatur ist sorgfältig zu trocknen.

Jede Analysenmenge ist in einen mit Kegelschliffstopfen versehenen Erlenmeyer-Titrierkolben (4.3.2) auf 1 mg einzuwägen. Mit einer Pipette sind 50 ml wasserfreies Methanol (4.2.1) in den Titrierkolben mit der Analysenmenge zu pipettieren. Gleichzeitig sind für einen Blindversuch 50 ml wasserfreies Methanol in einen weiteren Titrierkolben zu geben. Die Titrierkolben sind mit einem Stopfen zu verschließen. Die verschlossenen Titrierkolben sind bis zur Weiterführung der Analyse im Exsikkator (4.3.6) aufzubewahren.

Die Stopfen sind zu entfernen, und die Titrierkolben sind schnell an den Rückflusskühlern (4.3.3) anzubringen, die mit den Calciumchlorid-Trockenröhrchen (4.3.4) versehen sind. Der Inhalt der Titrierkolben ist 3 h unter Rückfluss zu kochen und 45 min zur Abkühlung auf Raumtemperatur stehen zu lassen. Die Titrierkolben sind von den Rückflusskühlern abzunehmen, schnell mit den Stopfen zu verschließen und im Exsikkator unterzubringen.

Mit Hilfe der Karl-Fischer-Apparatur (4.3.8) ist der Inhalt eines jeden Titrierkolbens mit dem Karl-Fischer-Reagenz (4.2.2) zu titrieren.

ANMERKUNG Alternative Verfahren zur Vorbereitung der Proben und zur Titration sind in Anhang A angegeben.

4.6 Auswertung der Ergebnisse

Der Wassergehalt w , angegeben als Massenanteil in %, ist für jede der beiden Bestimmungen nach Gleichung (1) zu berechnen:

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

Dabei ist

V_1 das für die Bestimmung verwendete Volumen an Karl-Fischer-Reagenz, angegeben in Milliliter;

V_2 das für den Blindversuch verwendete Volumen an Karl-Fischer-Reagenz, angegeben in Milliliter;

T das Wasseräquivalent des Karl-Fischer-Reagenzes, angegeben in Gramm Wasser je Milliliter Reagenz;

m die Masse der Analysenmenge, in Gramm.

ANMERKUNG Bei einigen Apparaturen könnte V_2 möglicherweise nicht gesondert verfügbar sein, es wird lediglich für die interne Berechnung von $V_1 - V_2$ verwendet. In diesem Fall vereinfacht sich der Zähler in der Gleichung (1) zu $V \times T$.

4.7 Präzision

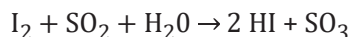
Die Präzision dieses Prüfverfahrens ist nicht bekannt, weil keine Ergebnisse von Ringversuchen verfügbar sind. Wenn diese Ergebnisse vorliegen, wird eine Angabe über die Präzision bei der nächsten Revision in den Text eingefügt.

Um die Ergebnisse von zwei Laboratorien zu vergleichen, muss besondere Sorgfalt beim Verpacken und Handhaben der Proben angewendet werden.

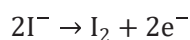
5 Verfahren B1 — Wasserverdampfung unter Anwendung eines Rohrofens zum Aufheizen

5.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird gewogen und dann im Ofen platziert. Das in der Analysenmenge enthaltene Wasser wird verdampft und mit trockenem Stickstoffträrgas zur Titrationszelle geleitet. Das Wasser wird dann nach dem coulometrischen Karl-Fischer-Verfahren titriert. Dieses Verfahren basiert auf der Reduktion von Iod durch Schwefeldioxid in Anwesenheit von Wasser unter Bildung von Schwefeltrioxid und Iodwasserstoffsäure wie folgt:



Im Unterschied zum konventionellen Karl-Fischer-Reagenz, das Iod enthält, wird beim coulometrischen Verfahren Iod elektrolytisch aus Iodid erzeugt:



wobei die zu erbringende Strommenge von 10,71 C nach dem Faradayschen Gesetz 1 mg Wasser entspricht.

5.2 Reagenzien

Zur Analyse werden nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit verwendet.

5.2.1 Anodenlösung, enthält Iodidionen, um im Reaktionsgemisch Iod zu erzeugen, nach Vorgaben des Geräteherstellers.

5.2.2 Kathodenlösung, enthält ein geeignetes Salz in Methanol (oder einem anderen geeigneten organischen Lösemittel), hergestellt nach Vorgaben des Geräteherstellers.

5.2.3 Einkomponenten-Universalanodenreagenz, enthält Iodidionen, um im Reaktionsgemisch Iod zu erzeugen, nach Vorgaben des Geräteherstellers, zur Verwendung in einer Zelle ohne Diaphragma.

ANMERKUNG In Titrationszellen ohne Diaphragma wird ein coulometrisches Einkomponenten-Universalanodenreagenz angewendet. In Titrationszellen mit Diaphragma müssen Anoden- und Kathodenlösung getrennt angewendet werden.

5.2.4 Neutralisationslösung, bestehend aus etwa 4 mg/ml Wasser in Propylencarbonat, Ethylenglycolmonomethylether (2-Methoxyethanol) oder Methylcellosolve.

5.2.5 Stickstoffgas (N_2), mit weniger als 5 µg/g Wasser.

5.3 Prüfeinrichtung

Die üblichen Laborgeräte und die folgenden:

5.3.1 Coulometrisches Karl-Fischer-Titriergerät, bestehend aus einer Kontrolleinheit und einer Titrationszellen-Baugruppe, ausgestattet mit einer Generatorzelle mit oder ohne Diaphragma, Doppelplatin-Messelektroden und einem Magnetrührwerk (siehe Bild 1).

Das Gerät ist zur coulometrischen Erzeugung von Iod konstruiert, das stöchiometrisch mit dem in der Zelle vorhandenen Wasser reagiert. Die Strommenge, die zur Erzeugung des Reagenzes benötigt wird, wird in Mikrogramm Wasser umgerechnet und direkt digital angezeigt.

ANMERKUNG Eine Zelle ohne Diaphragma bietet für viele Anwendungen eine ausreichende Genauigkeit. Einige Anwendungen können jedoch für eine möglichst hohe Genauigkeit ein Diaphragma erfordern. Dies kann beim Geräteanbieter erfragt werden.