



11736-78

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

## ПЛАСТМАССЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

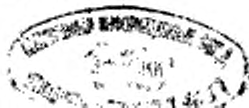
ГОСТ 11736—78

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва



## 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

Экспикатор 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.

Оксид 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/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

где  $m$  — масса воды, г;

$V$  — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

За водный эквивалент принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,00004 г/см<sup>3</sup>.

(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 см<sup>3</sup> 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, поливинилацетатах, 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 см<sup>3</sup> 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  $m_1$ , см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование массы  $m_2$ , см<sup>3</sup>;

$T$  — водный эквивалент реактива Фишера, г/см<sup>3</sup>.

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  $m_1$ , см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование массы  $m_2$ , см<sup>3</sup>;

$T$  — водный эквивалент реактива Фишера, г/см<sup>3</sup>.

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, см<sup>3</sup>;

$T$  — водный эквивалент реактива Фишера, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — 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. Фенолформальдегидные 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. Полиэтирол и его сополимеры	Метанол с метилхлоридом 1:1 (по объему)	Метанол с метилхлоридом 1:1 (по объему)	Набухают
5. Фторопласты (поропласт)	Метанол	Метанол	Не набухают
6. Поливинилхлориды	Метанол	Метанол	Не набухают
7. Поливиниловый спирт	Метанол	Метанол	Не набухает
8. Поливинилацетат	Метанол с метилхлоридом 1:1 (по объему)	Метанол с метилхлоридом 1:1 (по объему)	Набухает. При определении воды в поливинилацетатном лаке вносят лак непосредственно в ячейку для титрования, заполненную метанолом
9. Поливинилацетат	Метанол с метилхлоридом 1:1 (по объему)	Метанол с метилхлоридом 1:1 (по объему)	Растворяются или набухают
10. Полиметакрилат, полиакрилат и их производные	Метанол с метилхлоридом 1:1 (по объему)	Метанол с метилхлоридом 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%.

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ БЕЗВОДНЫХ РЕАКТИВОВ

## 1. Приготовление безводного метанола

Безводный метанол получают обработкой его метилатом магния, который, реагируя с водой, находящейся в метаноле, дает гидроксид магния. В круглодонную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г магния в стружках, 0,5 г йода и вливают 250—300 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Безводный метанол перегоняют, используя слотный дефлегматор. В склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую в пределах 64—65,5°C (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°C (при давлении 101330 Па).

## 3. Приготовление безводного пиридина

Осушку пиридина проводят азеотропной отгонкой воды с бензолом. Для этого в круглодонную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> вносят 500 см<sup>3</sup> пиридина и 100 см<sup>3</sup> 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 слотный дефлегматор. Затем в склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую при 114—116°C (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. Чуёко*

Сдано в наб. 30.08.84 Подп. 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,  
Новопроспектский пер., д. 3.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 4242