



中华人民共和国国家标准

GB/T 12006.2—2009
代替 GB/T 12006.2—1989

塑料 聚酰胺 第2部分：含水量测定

Plastics—Polyamides—
Part 2: Determination of water content

(ISO 15512:1999, Plastics—Determination of water content, MOD)

2009-06-15 发布

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 12006《塑料 聚酰胺》目前分为以下 2 个部分：

- 第 1 部分：黏数测定；
- 第 2 部分：含水量测定。

本部分为 GB/T 12006 的第 2 部分，修改采用 ISO 15512:1999《塑料 含水量的测定》。

本部分与 ISO 15512:1999 的主要技术性差异如下：

- 删除了原国际标准中的方法 B。
- 对于 ISO 15512:1999 引用的国际标准，相应采用我国标准。

为便于使用，本部分作了下列编辑性修改：

- 把“本国际标准”一词改为“本部分”；
- 删除了 ISO 15512:1999 的前言；
- 增加了本部分的前言；
- 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“，”；

本部分代替 GB/T 12006.2—1989《聚酰胺含水量测定方法》，与 GB/T 12006.2—1989 相比，主要技术内容改变如下：

- 更改了标准名称；
- 增加了一个规范性引用文件；
- 增加了精密度和注意。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会塑料产品和通用方法分会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本部分负责起草单位：国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分参加起草单位：中国神马集团有限责任公司、广州金发科技股份有限公司、广州合成材料研究院。

本部分主要起草人：郑宁、赵平、李鹏洲、李建军、王浩江。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12006.2—1989。

塑料 聚酰胺

第2部分:含水量测定

1 范围

1.1 GB/T 12006 的本部分规定了聚酰胺粒料和成品含水量的测定方法。这些方法不适用于按 GB/T 1034—2008 规定的塑料吸水性(动力学平衡)的测定,该方法适用于聚酰胺中含水量较低情况:

方法 A 0.1%或以上;

—方法 B 0.01%或以上。

1.2 本部分规定了两种试验方法

- a) 方法 A 是无水甲醇提取法。该方法用无水甲醇将试样中的水提取出来,然后采用卡尔·费休滴定法测定收集到的水分。该方法适用于所有的聚酰胺粒料,其最大尺寸为 4 mm×4 mm×3 mm;
- b) 方法 B 是压力测量法。该方法通过测定在真空状态下水分蒸发引起的压力增值来计算含水量。该方法不适用于含有除水之外的易挥发物的聚酰胺样品,它们在室温条件下能够产生较大的气压。材料中若存在大量易挥发性物质,应当用例如气相色谱法对其进行定期检测。对于新类型或新牌号的材料都应如此。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 12006 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 1034—2008 塑料 吸水性的测定(ISO 62:2008, IDT)

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)(ISO 760:1978, MOD)

3 方法 A——无水甲醇提取法

3.1 原理

试样用无水甲醇提取,提取出来的水分用卡尔·费休滴定法测定。

3.2 试剂

在分析过程中,应使用分析纯试剂。

3.2.1 无水甲醇:分析纯。

3.2.2 卡尔·费休试剂:水当量约为 3 mg/mL~5 mg/mL。试剂配制及水当量标定应按 GB/T 6283—2008 规定进行。

3.3 仪器

3.3.1 烧瓶:容量为 250 mL,带磨口玻璃塞或橡皮塞。

- 3.3.2 锥形瓶:容量为 150 mL,具塞标准磨口瓶。
- 3.3.3 回流冷凝器:其磨口能够与锥形瓶(3.3.2)和干燥管(3.3.4)相匹配。
- 3.3.4 具有磨口的干燥管:里面填充氯化钙或其他干燥剂。
- 3.3.5 电加热或热空气加热器:用于加热锥形瓶(3.3.2)。
- 3.3.6 移液管:容量为 50 mL(也可采用自动填充移液管)。
- 3.3.7 配有两个管的沃尔夫瓶。
- 3.3.8 弧型或 U 型干燥管:用氯化钙填充。
- 3.3.9 滴管。
- 3.3.10 移液管:容量为 10 mL。
- 3.3.11 干燥器:内装无水氯化钙或其他适合的干燥剂。
- 3.3.12 分析天平:精确至 0.2 mg。
- 3.3.13 卡尔·费休滴定仪:按照 GB/T 6283—2008,用于测定含水量。

3.4 试样的制备

3.4.1 粒料

称取大约 100 g 具有代表性的样品放入预先干燥好的烧瓶中(3.3.1),并且立即用塞子密封瓶口。

注:建议先将烧瓶在烘箱中干燥,然后让其在合适的干燥器中冷却。

3.4.2 制件

将制件切或锯成尺寸不大于 4 mm×4 mm×3 mm 的薄片,制样过程需快速,以减少试样在制样过程中吸收水分。

3.5 操作步骤

3.5.1 试样准备

同一样品需进行两次平行试验,通过对样品中含水量的估计来决定测试试样的质量,从而使得测试试样中约含有 10 mg~20 mg 的水分。

注:由于测试的水分质量很小,在试验过程中应尽量避免受到来自于样品容器、空气、转移设备中水分的影响。吸湿性树脂应当隔绝潮气。

3.5.2 测试

3.5.2.1 仔细干燥仪器

3.5.2.2 称取试样(精确到 1 mg)置入锥形瓶中(3.3.2),用磨口玻璃瓶塞密封。用移液管(3.3.6)移取 50 mL 无水甲醇(3.2.1)至装有样品的锥形瓶中。同时,在另一个锥形瓶中也移入 50 mL 无水甲醇,作为空白试验。塞住瓶口,并将塞住瓶口的锥形瓶置于干燥器(3.3.11)中。

3.5.2.3 打开锥形瓶的玻璃塞,快速地将烧瓶与装有干燥管的回流冷凝器(3.3.3)及(3.3.4)相连接。将锥形瓶加热,回流 3 h,然后放置 45 min 自然冷却到室温。快速地将锥形瓶与回流冷凝器分离,用磨口玻璃塞塞住瓶口,并将烧瓶置入干燥器中。

3.5.2.4 在卡尔·费休滴定仪(3.3.13)上用卡尔·费休试剂(3.2.2)滴定出每个试样的含水量。

3.6 结果表示

3.6.1 试样的含水量 w 的质量分数用 % 表示,由式(1)计算:

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

式中:

V_1 — 用于滴定样品所消耗的卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

V_2 — 用于滴定空白试验所消耗的卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

T — 水当量,用消耗 1 毫升卡尔·费休试剂所需要的水的毫克数来表示,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m — 试样的质量,单位为毫克(mg)。

3.6.2 两次平行试验测得的含水量的相对值不大于 10% 或绝对值不大于 0.02%。若相差太大,则应重新试验直到试验结果满足以上条件为止,舍去所有不符合条件的结果。

3.6.3 试验结果采用两次平行试验的平均值表示,精确到 0.01%(质量分数)。

3.7 精密度

由于尚未得到实验室间试验数据,故未知本试验方法的精密度。如果得到上述数据,则在下次修订时加上精密度说明。

4 方法 B——压力测量法

4.1 原理

在密闭的真空环境中,将试样加热到规定的温度,以确保水分能完全蒸发。测量所引起的压力增值,该压力增值与含水量成正比。采用校正因子计算含水量。校正因子是通过在测量已知的含水化合物中的含水量而得到的,其测试条件应与测试试样的完全一致。

4.2 试剂

二水钼酸钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$):分析纯

注:也可以使用其他能够在测试条件下失去其结晶水的含水化合物,如二水氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

4.3 设备

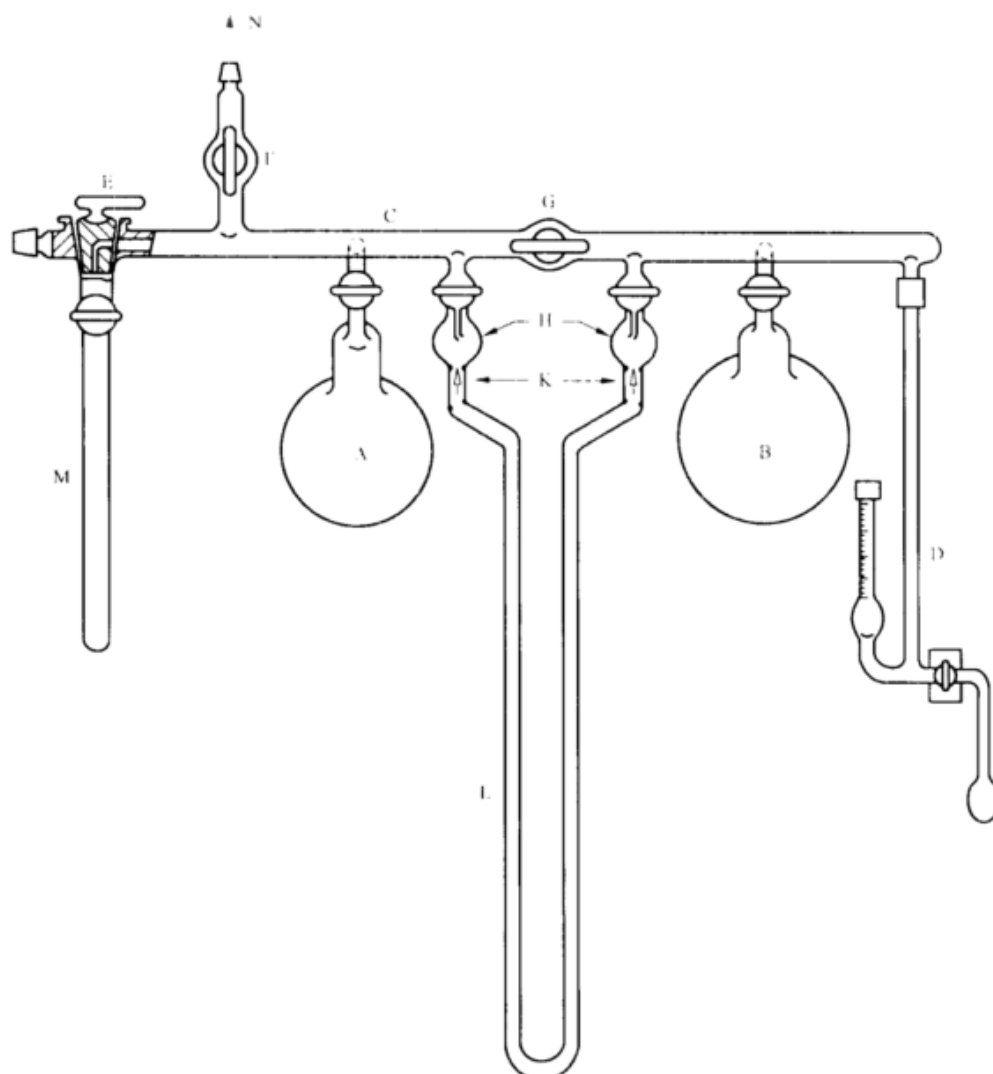
4.3.1 测压仪:

推荐使用如图 1 所示的测压设备。

图示装置为真空密闭连接的全玻璃系统,连接处最好采用球形连接。球 A 和球 B 的体积分别为 $(0.5 \pm 0.05)\text{L}$ 和不少于 1 L。球形容器 A 和 B 连接在连接管(C)上。连接管(C)的一端连接有高真空压力表,另一端连接有配有活塞(E)的试样管。同时,管 C 还与配有活塞(F)的真空泵(N)相连,再安装一个活塞(G)使两个球形容器分开。在活塞(G)的两侧 U 型油压计(L)经过防溅球管(H)和截止阀(K)连接,油压计(L)的支管长度至少 350 mm。试样管(M)应用耐高温玻璃制成。不同试样管间的体积差异不应超过 5 ml。

注 1:若能满足 4.5.3.3 中所提到的重复性要求,也可以使用不同的装置设备。

注 2:油压计中宜填充硅油。



- A 球形容器, 体积为 0.5 L ± 0.05 L;
- B 球形容器, 体积 ≥ 1 L;
- C 连接管;
- D 高真空计量器;
- E, F, G 开关;
- H 防溅球管;
- K 截止阀;
- L 油压计;
- M 试样管;
- N 真空泵。

图 1 用方法 B(压力测量法)测定含水量的装置示意图

4.3.2 加热装置:

电炉, 适用于加热样品管到指定温度。加热装置应便于安装和移动。

4.4 试样制备

4.4.1 粒料

在预先干燥的容器中快速的填充测试材料试样, 并迅速的密封容器, 以减少从空气中吸收水分。

4.4.2 制件

将制件切或锯成约几个毫米的薄片,制样过程需快速,以减少试样在制样过程中的吸收水分。然后按 4.4.1 进行操作。

4.5 操作步骤

注:由于测试的水分质量很小,在试验过程中应尽量避免受到来自于样品容器、空气、转移设备中水分的影响。吸湿性树脂应当隔绝潮气。

4.5.1 试样的准备

进行两组平行试验。测试试样的质量选择应保证能够让油压计产生大于 50 mm 的压力差。

若球 A 和球 B 的体积分别为 $0.5\text{ L} \pm 0.05\text{ L}$ 和不少于 1 L,推荐使用试样的质量见表 1。

表 1 测试试样

预期的含水量 W (质量分数)/%	试样质量 m/g
$W > 1$	$0.2 \leq m < 0.5$
$0.5 < W \leq 1$	$0.5 \leq m < 1$
$0.2 < W \leq 0.5$	$1 \leq m < 2.5$
$0.1 < W \leq 0.2$	$2.5 \leq m < 5$
$W \leq 0.1$	$m \geq 5$

4.5.2 漏气检测

按如下步骤检测装置是否漏气:固定一干燥的空的试样管到装置上,试样管不需加热。打开活塞 E、F 和 G。

抽真空,使得装置内的压力低于 100 Pa,然后关闭活塞 F 和 G。1 h 后,检查系统内的压力仍然低于 100 Pa,并且油压计显示的压力差小于 2 mm。若不能满足以上两点要求,检查设备并重新检测。

为保证在测试过程中系统的密闭性,有必要经常进行漏气检测。

注:当更换油压计中的油时,装置必须保持真空数小时,以除去新油带来的污染。

4.5.3 测定

4.5.3.1 快速称取试样(见表 1),精确到 1 mg,然后置入干燥的试样管,并将试样管固定到装置上。打开活塞 E 和 G。旋转活塞 F 使得系统与真空泵相连,并打开真空压力表(D)。抽取真空,使得系统内的压力低于 100 Pa。旋转活塞 F,使得系统与真空泵断开连接。关闭活塞 G。

4.5.3.2 先将加热装置加热到 $200\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,再将试样管放置到加热装置上,恒温 50 min,或在 5 min 内油压计显示的压力差的变化不超过 1 mm。

对于未知试样,不能排除含水量很高的可能。因此,应在测试的最初 10 min,不断地观察真空压力表。若压力变得太高,则打开活塞 G,并减少试样量重新试验。

50 min 后,或压力差恒定后,读取压力差数据,精确到毫米。

停止加热试样管,打开活塞 G,为消除试样管的真空状态须打开活塞 E。

将试样管冷却,并称取残留物的质量,精确到 1 mg。

4.5.3.3 若两组平行试验所测得的含水量绝对值之差大于 0.005%,则应做漏气检测(见 4.5.2),并重新进行平行试验测试。

4.5.4 校正

4.5.4.1 称取至少 5 份二水钼酸钠,每份大约 30 mg~40 mg,并分别放入干燥洁净的试样管中。

按 4.5.3.2 中的说明,对每份二水钼酸钠进行含水量测试。加热时间可以从 50 min 调整到 15 min。

4.5.4.2 根据产生 1 mm 的油压差所需要的水质量(g),校正因子 f 可用式(2)来计算:

$$f = \frac{m_{\text{ref}} \times w_{\text{ref}}}{\Delta p} \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_{re} 二水钼酸钠的测试质量,单位为克(g);

w_{re} 每克二水钼酸钠中的含水量,单位为克每克(g/g);

Δp 油压计显示的的压力差,单位为毫米(mm)。

若采用其他含水化合物进行校正,则只需相应调整测试试样的质量和 w 的值即可。

计算不同试样获得的校正因子 f 的算术平均值。在这一计算中,舍去与平均值相对偏差大于 5% 的测试结果值。

当采用新一批的二水钼酸钠时,在开始测试前先确定其含水量,先称取测试试样,然后在 200 °C 条件下干燥 1 h 并重新称重。

在进行校正因子测试时,不能使用水。因为水的需要量很小,在称重时很难达到精度要求。

4.6 结果表示

含水量 w (质量分数)可用式(3)计算:

$$w = \frac{f \times \Delta p}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

f 校正因子,计算方法见 4.5.4,单位为克每毫米(g/mm);

Δp 油压计显示的的压力差,单位为毫米(mm);

m 试样的质量,单位为克(g)。

4.7 精密度

由于尚未得到实验室间试验数据,故未知本试验方法的精密度。如果得到上述数据,则在下次修订时加上精密度说明。

5 试验报告

试验报告应含有下列内容:

- a) 注明采用本部分;
- b) 样品必需的详细信息;
- c) 采用的试样方法(方法 A 或方法 B);
- d) 两个平行试验分别测得的含水量,以及它们的平均值,精确到小数点后两位;
- e) 试验日期。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

塑料 聚酰胺

第2部分:含水量测定

GB/T 12006.2—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字

2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*

书号:155066·1 38741 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 12006.2—2009