

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАСТМАССЫ

**НЕБОЛЬШИЕ КОНТЕЙНЕРЫ
ДЛЯ КОНДИЦИОНИРОВАНИЯ
И ИСПЫТАНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ
ВОДНЫХ РАСТВОРОВ
ДЛЯ ПОДДЕРЖАНИЯ ПОСТОЯННОГО
ЗНАЧЕНИЯ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ
ВЛАЖНОСТИ**

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Пластмассы**НЕБОЛЬШИЕ КОНТЕЙНЕРЫ
ДЛЯ КОНДИЦИОНИРОВАНИЯ И ИСПЫТАНИЯ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ
ДЛЯ ПОДДЕРЖАНИЯ ПОСТОЯННОГО ЗНАЧЕНИЯ
ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ВЛАЖНОСТИ****ГОСТ
29244—91****(ИСО 483—88)**

Plastics. Small enclosures for conditioning and testing using aqueous solutions to maintain relative humidity at constant value

МКС 83.140.99
83.200
ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.93**1. НАЗНАЧЕНИЕ**

1.1. Настоящий стандарт устанавливает требования к разработке и эксплуатации контейнеров объемом менее 200 дм³, предназначенных для испытания и кондиционирования пластмасс и обеспечивающих при заданной температуре постоянную относительную влажность, создаваемую с помощью насыщенных водных растворов солей, водных растворов глицерина или серной кислоты.

Соблюдение требований настоящего стандарта обеспечивает поддержание относительной влажности атмосферы для испытания и кондиционирования с требуемой точностью при температурах, устанавливаемых стандартами.

В стандарте приведены методы обеспечения требуемой влажности в этих контейнерах при температуре от 5 до 60 °С. Указанные в стандарте значения относительной влажности являются средними значениями, выражаемыми в процентах, с допускаемым отклонением $\pm 2\%$.

1.2. Контейнеры предназначены для кондиционирования небольших количеств материалов перед испытанием и для испытания материалов, которые могут быть проведены внутри контейнеров, например электрические испытания.

Настоящие требования не распространяются на контейнеры, допускающие частые открывания.

2. ССЫЛКА

ГОСТ 12423—66 Пластмассы. Условия кондиционирования и испытаний образцов (проб).

3. РЕАКТИВЫ

Соли известной аналитической марки (табл. 1).

Таблица 1

**Относительная влажность воздуха над насыщенными водными растворами солей
при температурах от 5 до 60 °С**

Насыщенные водные растворы солей	Относительная влажность, %, при температуре, °С									
	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60
Гидроксид калия (KOH)	14	13	10	9	8	7	6	6	6	—
Хлорид лития (LiCl · H ₂ O)	12	12	12	12	12	11	11	11	11	11
Ацетат калия (CH ₃ COOK)	25	24	24	23	22	22	21	20	—	—
Хлорид магния (MgCl ₂ ·6H ₂ O)	34	34	34	33	33	33	32	32	31	30
Карбонат калия (K ₂ CO ₃ ·2H ₂ O)	46	45	44	44	43	42	41	40	38	36
Нитрат магния [Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O]	58	57	56	54	53	51	50	48	46	43
Бихромат натрия (Na ₂ Cr ₂ O ₇ ·2H ₂ O)	59	58	56	55	54	52	51	50	47	—
Нитрат аммония (NH ₄ NO ₃)	—	73	69	65	62	59	55	53	47	42
Нитрит натрия (NaNO ₂)	—	—	—	66	64	63	62	61	60	58
Хлорид натрия (NaCl)	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
Сульфат аммония [(NH ₄) ₂ SO ₄]	82	82	81	81	80	80	80	79	79	—
Хлорид калия (KCl)	88	87	86	86	85	84	84	83	81	80
Нитрат калия (KNO ₃)	97	96	95	94	93	91	89	88	85	82
Сульфат калия (K ₂ SO ₄)	98	98	97	97	97	96	96	96	96	96

Глицерин.

Серная кислота.

Дистиллированная вода или вода эквивалентной чистоты.

Насыщенные водные растворы солей (табл. 1), содержащие избыток соли для поддержания насыщенности раствора.

Водный раствор глицерина (табл. 2) определенной концентрации.

Таблица 2

Относительная влажность воздуха над раствором глицерина в воде при температуре от 0 до 70 °С

Приблизительная концентрация глицерина (m/m), %	Показатель преломления при 25 °С n_D^{25}	Относительная влажность, %, при температуре, °С			
		0	25	50	70
10	1,3463	97,7	98,0	98,2	98,4
15	1,3560	95,6	96,0	96,4	96,7
25	1,3602	94,5	95,0	95,5	95,8
35	1,3773	89,2	90,0	90,7	91,2
45	1,3905	84,0	85,0	85,9	86,6
52	1,4015	78,8	80,0	81,1	81,8
58	1,4109	73,7	75,0	76,2	77,0
64	1,4191	68,6	70,0	71,3	72,2
69	1,4264	63,4	65,0	66,4	67,3
74	1,4329	58,4	60,0	61,4	62,5
77	1,4387	53,3	55,0	56,5	57,6
81	1,4440	48,3	50,0	51,5	52,6
84,5	1,4486	43,3	45,0	46,6	47,7
87,5	1,4529	38,3	40,0	41,6	42,7

Водный раствор серной кислоты (табл. 3) определенной концентрации.

Примечания:

1. Раствор гидроксида калия вызывает раздражение, поэтому нельзя допускать попадания его на кожу.
2. Хлорид лития, ацетат калия, хлорид магния, карбонат калия, нитрат магния, нитрит натрия, хлорид натрия, сульфат аммония, нитрат калия рекомендуются для определения диапазонов влажности, так как изменение влажности в зависимости от изменения температуры очень мало в диапазоне от 20 до 30 °С.

3. Соли аммония могут вызвать коррозию медных деталей.

4. Добавление от 1 до 2 % тетрабората натрия уменьшает обесцвечивание растворов нитрита натрия. При этом относительная влажность уменьшается на 1 % при 20 °С.

Таблица 3

Относительная влажность воздуха над водными растворами серной кислоты
при температуре от 5 до 50 °C

Концентрация серной кислоты, % (по массе)	Плотность при 25 °C, г/см ³	Плотность при 23 °C, г/см ³	Относительная влажность, %, при температуре, °C										
			5	10	15	20	23	25	30	35	40	45	50
5	1,0300	1,0307	98	98	98	98	98	98	98	98	98	98	98
10	1,0640	1,0648	95,5	95,5	95,5	95,5	95,5	95,5	95,5	95,5	95,5	95,5	95,5
15	1,0994	1,1005	92,5	92,5	92,5	92	92	92	92,5	92,5	92,5	92	92
20	1,1365	1,1376	87,5	88	88	88	88	88	88	88	88,5	88,5	88,5
25	1,1750	1,1764	81,5	82	82	82	82,5	82,5	82,5	83	83	83	83
30	1,2150	1,2164	74	74,5	74,5	75	75	75	75,5	76	76	76,5	76,5
35	1,2563	1,2577	64,5	65	65,5	66	66,5	66,5	67	67,5	67,5	68	68,5
40	1,2991	1,3005	54	55	55,5	56	56,5	56,5	57	57,5	58	58,5	59
45	1,3437	1,3452	43	44	44,5	45	45,5	46	46,5	47	48	48,5	49
50	1,3911	1,3972	32,5	33	34	34,5	35	35	35,5	36,5	37	37,5	38,5
55	1,4412	1,4428	22,5	23	24	24,5	25	25	25,5	26	27	27,5	28
60	1,4940	1,4957	14	14,5	15	15,5	16	16	17	17,5	18	18,5	19
65	1,5490	1,5507	8	8	8,5	9	9	9,5	9,5	10	10,5	11	11,5
70	1,6059	1,6077	3,5	4	4	4	4,5	4,5	4,5	5	5	5,5	6

4. АППАРАТУРА

4.1 Если объем контейнера менее 15 дм³, следует использовать соответствующий контейнер простой формы, внутренние стенки которого легко очищаются и инертны по отношению к используемым растворам.

Температуру следует поддерживать постоянной и одинаковой во всех точках, помещая контейнер в воздушный термостат, на водяную баню или в лабораторные кондиционируемые условия при постоянной температуре.

Внутри контейнера устанавливают термометр для снятия показаний во время испытания с точностью до ± 1 К.

Обычно рекомендуется циркуляция воздуха, особенно в тех случаях, когда испытываются гигроскопичные материалы. В контейнере рекомендуется устанавливать вентилятор, лопасти которого должны быть расположены непосредственно над «зеркалом» раствора.

Если контейнер предназначен только для кондиционирования практически негигроскопичных продуктов или для кондиционирования в течение достаточно длительного периода времени по отношению к способности образца поглощать воду, циркуляция воздуха не обязательна.

При отсутствии циркуляции воздуха высота контейнера не должна превышать наименьшего размера свободной поверхности раствора. В контейнерах с воздушной циркуляцией высота может быть в 1,5 раза больше наименьшего размера свободной поверхности.

4.2. Если объем контейнера составляет от 15 до 200 дм³, также следует использовать контейнеры простой формы, внутренние стенки которых легко очищаются и инертны по отношению к используемым растворам.

Контейнеры следует изолировать от окружающих условий таким образом, чтобы их внутренняя регулирующая аппаратура и циркуляция воздуха могли обеспечивать постоянную температуру во всех точках используемого объема в пределах установленных допусков или в пределах допусков на температуру, которые устанавливаются допусками на относительную влажность.

Внутренняя высота используемого объема не должна превышать 1,5 наименьшего размера свободной поверхности раствора.

Крышку контейнера следует изготавливать из электроизоляционного материала. Крышка должна быть снабжена сухим и влажным термометрами с ценой деления до 0,1 К, установленными так, чтобы показания можно было снимать снаружи.

Воздух должен циркулировать около шариков термометров со скоростью около 3 м/с после его увлажнения путем пропускания между поверхностью водного раствора и соответствующей воздушной коммуникацией. Чтобы достичь такого результата, циркуляцию воздуха можно, например, осуществить таким образом, чтобы прохождению над поверхностью раствора предшествовало на-

гревание воздуха, которое контролируется дистанционным управлением с помощью контактного термометра, расположенного в такой точке полезного объема контейнера, в которой температура поддерживается в соответствии с инструкцией (см. также приложение). В конце цикла после пропускания через полезный объем и до прохождения через нагреватель воздух следует охлаждать соответствующим способом до температуры выше точки росы, по крайней мере когда контейнер и его содержимое находятся в состоянии равновесия. Например, для температуры и относительной влажности, установленных в ГОСТ 12423 (23 °C и 50 %), температура охлажденного воздуха должна быть выше или равна 12 °C.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1. Общие положения

5.1.1. Загрузка контейнера

5.1.1.1. Перегрузка небольшого контейнера может уменьшить скорость достижения установленной относительной влажности в нем, поэтому достижения состояния равновесия придется ждать очень долго. Принимая во внимание, что предел загрузки зависит от обусловленной водопоглощающей способности материалов и разницы между содержанием влаги и влажностью в контейнере, этот предел не может быть установлен. Только периодическое измерение массы образцов и периодическое снятие показаний температуры и относительной влажности в контейнере могут показать, когда достигается требуемое состояние равновесия.

Примечания:

1. Даже без каких-либо изменений содержания влаги в воздухе разница в температуре этого воздуха от одной точки полезного объема до другой будет давать разницу в относительной влажности. Относительная влажность будет ниже в точках, в которых температура низкая. Например, для стандартной атмосферы испытания разница в 0,5 °C вызывает разницу в относительной влажности почти 2 %, при относительной влажности, равной 90 %, соответствующая разница будет 3 %.

2. Изменение температуры в заданной точке в зависимости от времени создает аналогичный эффект. Если колебания температуры медленные, то изменения относительной влажности будут уменьшены вследствие действия насыщенного раствора.

5.1.1.2. Рекомендуется придерживаться следующих основных положений. Образцы большого объема (V) с небольшой площадью поверхности (S) (например шар) имеют высокое отношение V/S . В этом случае в контейнерах без циркуляции воздуха общая площадь поверхности образцов не должна превышать площадь поверхности раствора.

У образцов с более низким значением V/S сумма общих площадей поверхности может быть пропорционально увеличена.

У образцов с небольшим значением V/S (например, пленок) общая площадь поверхности может быть в три раза больше поверхности раствора.

В контейнерах с циркуляцией воздуха общая площадь поверхности образцов может быть в три раза больше рекомендуемой для контейнеров без циркуляции воздуха.

Необходимо поддерживать чистоту поверхности раствора и внутренних стенок контейнера.

5.1.2. Начало кондиционирования

Рассчитывается продолжительность кондиционирования, указанная в описаниях для образцов, или начинают испытания в установленной атмосфере после введения образцов только с того момента времени, когда в контейнере достигнуто равновесное состояние в пределах установленных допусков, на что указывают показания термометров и психрометра.

В любом случае должно быть известно время, необходимое для достижения условий устойчивого состояния контейнера или пустой камеры на основе четко установленных начальных и конечных условий, чтобы определить, не открывая контейнера, минимальное время выдержки для получения удовлетворительных условий кондиционирования в соответствии с типом и влагосодержанием помещенного в него образца.

Сопоставляя изменения массы этих образцов с показаниями термометров и психрометров, можно определить состояние равновесия.

Температура должна быть постоянной в пределах ± 1 K.

5.2. Метод А. Насыщенные водные растворы солей

Метод предпочтителен в том случае, когда имеется соль, насыщенный водный раствор которой даст желаемую относительную влажность при данной температуре (см. разд. 3 и табл. 1).

Насыщенный водный раствор соли следует поместить заранее в контейнер, чтобы атмосфера в нем достигла равновесных условий ко времени измерений.

В контакте с раствором следует поддерживать избыток твердой соли на протяжении всего процесса кондиционирования или испытания. Контейнер следует часто чистить в промежутках между его использованием, чтобы удалить осадок соли, появляющийся на стенках вне лотка, предназначенного для содержания раствора.

5.3. Метод В. Водные растворы глицерина

Метод требует больше внимания, чем описанный выше. Концентрация смеси глицерин — вода должна поддерживаться практически постоянной. Образцы, которые поглощают большое количество влаги, могут вызвать значительные изменения в концентрации смеси. Это может также произойти, если загрузка контейнера слишком велика по сравнению с количеством используемого раствора.

Концентрация водного раствора глицерина, что установлено по его показателю преломления при 25 °С, зависит от относительной влажности и температуры (табл. 2) и может быть рассчитана при температурах от 0 до 70 °С по следующей формуле:

$$715,3 (n_D^{25} - 1,3333) + A^2 = (100 + A)^2 + A^2 - (RH + A)^2,$$

где A — параметр, относящийся к температуре Θ в уравнении

$$A = 25,60 - 0,1950 \Theta + 0,000 \cdot 8 \Theta^2;$$

RH — относительная влажность, %;

n_D^{25} — показатель преломления водного раствора глицерина при 25 °С для линии D натрия;

Θ — температура раствора, °С.

Эта формула позволяет вычислить требуемую относительную влажность (RH) с точностью до 0,2 % при температуре 25 °С.

Показатель преломления водного раствора глицерина следует регулярно контролировать с помощью рефрактометра с диапазоном 1,33—1,47 с точностью +0,001 и в любом случае до и после каждого испытания или кондиционирования.

Показатели преломления, соответствующие обычно используемым атмосферам кондиционирования, даны в разд. 6 (табл. 4 и 5).

5.4. Метод С. Водные растворы серной кислоты

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ. Серная кислота является корродирующим веществом и вредно действует на кожу. При работе с ней необходимо соблюдать правила, касающиеся безопасности и предотвращения несчастного случая. При работе с концентрированной серной кислотой необходимо всегда носить защитные очки. При попадании на тело серная кислота всегда проникает очень глубоко, поэтому необходимо немедленно промыть пораженные части тела большим количеством воды. В случае повреждения глаз или серьезного повреждения кожи необходимо сразу вызвать врача, так как серная кислота продолжает проникать в ткани тела.

Смешивание концентрированной серной кислоты и воды вызывает значительное выделение тепла. Серная кислота всегда должна добавляться в воду и ни в коем случае не наоборот, так как это вызывает разбрызгивание кислоты.

Контейнер должен быть герметичным, не абсорбирующим воду и коррозионно-стойким. Высота обычно не превышает одну четвертую окружности основания. Максимальная вместимость контейнера должна быть 1 дм³. Общая площадь поверхности образцов не должна превышать площади раствора серной кислоты.

Приведенные в табл. 3 значения относительной влажности (RH) воздуха над различными водными растворами серной кислоты взяты из литературных данных и являются средними значениями (в процентах) с допускаемыми отклонениями + 2 %.

Серная кислота различных концентраций (см. табл. 3) служит для приготовления различных водных растворов серной кислоты. Эффективная концентрация водного раствора серной кислоты зависит от поглощения воды из окружающей атмосферы и от ее отдачи окружающей атмосфере. Концентрацию следует определять через удобные интервалы времени и, если необходимо, корректировать добавлением воды или серной кислоты, соблюдая меры предосторожности.

Концентрацию серной кислоты можно определять путем измерения плотности ареометром. Точность калибровки ареометра должна составлять $\pm 0,001$ г/см³. Более точным методом определения концентрации серной кислоты является титрование.

Температуру раствора и воздуха в контейнере следует измерять перед началом и во время испытания, не нарушая условий испытания. Поверхность раствора должна быть свободной от загрязнений.

6. ДОПУСКИ

Стандартные атмосферы, установленные в ГОСТ 12423, могут быть достигнуты выдерживанием стандартных или жестких допусков.

6.1. Стандартные допуски

Стандартные допуски по температуре, относительной влажности и показателю преломления для водного раствора глицерина должны быть такими, как указано в табл. 4.

Таблица 4

Температура, °C	Относительная влажность, %	Показатель преломления глицериновых растворов n_D^{25}
23 $\pm$ 2	50 $\pm$ 5	1,444 $\pm$ 0,005
27 $\pm$ 2	65 $\pm$ 5	1,426 $\pm$ 0,007

6.2. Жесткие допуски

Жесткие допуски по температуре, относительной влажности и показателю преломления водного раствора глицерина указаны в табл. 5.

Таблица 5

Температура, °C	Относительная влажность, %	Показатель преломления глицериновых растворов n_D^{25}
23 $\pm$ 1	50 $\pm$ 2	1,444 $\pm$ 0,002
27 $\pm$ 1	65 $\pm$ 2	1,426 $\pm$ 0,003

Примечания:

1. Допускаемое изменение температуры в контейнере будет меньше допусков, приведенных в графе «температура» табл. 4 и 5, если относительная влажность поддерживается в пределах, указанных в этих таблицах.
2. В особых случаях при температуре 20 °C и относительной влажности 65 % n_D^{25} будет составлять 1,426.

7. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания, в котором используются небольшие камеры для испытания и кондиционирования, должен включать следующую информацию:

- а) ссылку на настоящий стандарт;
- б) установленную атмосферу кондиционирования и испытания (температуру и относительную влажность);
- в) характеристики используемого контейнера (объем, систему циркуляции воздуха);
- г) используемый раствор:
для насыщенных водных растворов солей идентификацию используемой соли;
для водных растворов глицерина приводят показатель преломления;
для водных растворов серной кислоты приводят удельный вес;
- д) другие подробности, не указанные в настоящем стандарте, и другие встречающиеся отклонения, которые могут повлиять на результат;
- е) продолжительность экспонирования и дату.

**ОСНОВНЫЕ ОСОБЕННОСТИ КОНТЕЙНЕРА ДЛЯ КОНДИЦИОНИРОВАНИЯ
ОБЪЕМОМ 15 дм³ ИЛИ БОЛЬШЕ**

Контейнер предпочтительно прямоугольной формы следует изготавливать из инертного и неабсорбирующего материала таким образом, чтобы все швы были непроницаемыми и не корродировали. Внутренняя поверхность должна легко очищаться. Швы закругленной формы облегчают очистку.

Дверца должна иметь окно с двойным стеклом для наблюдения и быть жесткой, чтобы обеспечивать герметичность, когда дверь закрыта. Следует предусмотреть герметизирующие прокладки, которые, при необходимости, легко бы заменялись.

Лоток для раствора солей на дне контейнера следует изготавливать из непроницаемого материала, который не растрескивается и стоек к воздействию используемого насыщенного раствора соли. Площадь его должна быть, по возможности, большой для обеспечения максимальной скорости переноса влаги. Лоток должен, при необходимости, легко отмываться от раствора.

Во всех частях рабочего пространства контейнера следует обеспечить соответствующую циркуляцию воздуха над поверхностью раствора соли с помощью соответствующего вентилятора и воздухопровода.

Если для измерения температуры и относительной влажности используют сухой и влажный термометры, скорость воздуха в точке измерения должна быть приблизительно 3 м/с. Рекомендуется автоматическое отключение вентилятора, когда дверь открывается. Для проведения электрических испытаний контейнер должен быть оборудован электропроводкой, обеспечивающей возможность таких испытаний. Места ввода термометров, вала вентилятора, электропроводки должны быть герметичными.

Следует предусмотреть нагревательные элементы, контролируемые термостатом, и трубки для охлаждающей воды или другого охлаждающего вещества. Контейнеры должны быть термически изолированы от внешней атмосферы.

На любой поверхности внутри контейнера, обдуваемой потоком воздуха, не должно быть конденсации.

Температуру можно контролировать термостатом в потоке воздуха или термостатом в водяной рубашке, окружающей контейнер, что зависит от типа аппаратуры.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 230

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2327

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 483—88 «Пластмассы. Небольшие контейнеры для кондиционирования и испытания с использованием водных растворов для поддержания постоянного значения относительной влажности» и полностью ему соответствует

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 12423—66	2, 4, 6

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2004 г.

Редактор *О.В. Гелетеева*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Н.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 05.07.2004. Подписано в печать 23.08.2004. Усл. печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,95.
Тираж 56 экз. С 3433. Зак. 311.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов