

ГОСТ Р 52021—2003
(ИСО 11376—97, ИСО 13651—96)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СМОЛЫ И СОЕДИНЕНИЯ ЭПОКСИДНЫЕ

Методы определения массовой доли хлора

Издание официальное

БЗ 12—2001/320

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы, методы их испытаний»

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 5 марта 2003 г. № 68-ст

3 Приложение А настоящего стандарта содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 11376—97 «Пластмассы. Эпоксидные смолы и глицидиловые эфиры. Определение содержания неорганического хлора». Приложение Б настоящего стандарта содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 13651—96 «Пластмассы. Эпоксидные смолы и эпоксидные соединения. Определение содержания общего омыляемого хлора»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Общие требования	2
4 Метод определения массовой доли неорганического хлора	2
5 Метод определения массовой доли омыляемого хлора	4
6 Протокол испытания	5
7 Контроль погрешности результатов испытания	5
Приложение А Пластмассы. Эпоксидные смолы и глицидиловые эфиры. Определение со- держания неорганического хлора (ИСО 11376—97)	7
Приложение Б Пластмассы. Эпоксидные смолы и эпоксидные соединения. Определение содержания общего омыляемого хлора (ИСО 13651—96)	9

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СМОЛЫ И СОЕДИНЕНИЯ ЭПОКСИДНЫЕ

Методы определения массовой доли хлора

Epoxy resins and related materials.
Methods for determination of mass percentage of chlorine

Дата введения 2004—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на эпоксидные смолы и эпоксидные соединения и устанавливает методы определения массовой доли неорганического хлора (хлор-иона) от 0,0002 % до 1 %, омыляемого хлора от 0,05 % до 10 % и общего омыляемого хлора, содержащихся в этих соединениях.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4459—75 Калий хромовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 7221—80 Полосы из золота, серебра и их сплавов. Технические условия
- ГОСТ 7222—75 Проволока из золота, серебра и их сплавов. Технические условия
- ГОСТ 10164—75 Этиленгликоль. Технические условия
- ГОСТ 10455—80 1,4-Диоксан. Технические условия
- ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
- ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов
- ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

ИСО 3696—87* Вода для использования в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытаний

3 Общие требования

3.1 Общие условия испытаний — по ГОСТ 27025.

Приготовление растворов — по ГОСТ 4517, ГОСТ 25794.1 и ГОСТ 25794.3.

3.2 Для проведения испытаний используют реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

3.3 При проведении испытаний выполняют требования безопасности при работе с использованием химикатов и горючих жидкостей.

4 Метод определения массовой доли неорганического хлора

4.1 Сущность метода

Метод заключается в растворении испытуемой пробы и потенциометрическом титровании полученного раствора раствором азотнокислого серебра.

4.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы

4.2.1 Ионномер любого типа с вспомогательным электродом типа ЭВЛ-1МЗ, заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия, и измерительным электродом, изготовленным из серебряной проволоки по ГОСТ 7222 или серебряной пластины по ГОСТ 7221.

Электроды готовят следующим образом: вспомогательный электрод ополаскивают сначала растворителем, а затем водой и погружают не менее чем на 10 мин в раствор соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, после чего снова ополаскивают растворителем, а затем водой. Серебряный электрод осторожно полируют мелкозернистой шлифовальной шкуркой и ополаскивают водой. Электроды подготавливают один раз в сутки перед первым измерением.

Допускается также применять другие методы подготовки электродов, в случае возникновения разногласий применяют указанный в настоящем стандарте метод.

После окончания титрования электроды рекомендуется промывать дистиллированной водой и хранить в дистиллированной воде.

4.2.2 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4.2.3 Мешалка магнитная.

4.2.4 стакан или колба вместимостью 100—250 см³ по ГОСТ 25336.

4.2.5 Цилиндр мерный вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770.

4.2.6 Колба мерная вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770.

4.2.7 Пипетки вместимостью 1, 2, 25, 50 см³ по ГОСТ 29227.

4.2.8 Бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³ по ГОСТ 29251.

4.2.9 Ацетон по ГОСТ 2603 или другой растворитель, обеспечивающий полное растворение пробы.

4.2.10 Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

4.2.11 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,01$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1 разбавлением раствора концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³, приготовленного по ГОСТ 25794.3.

4.2.12 Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

4.2.13 Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10 %, приготовленный по ГОСТ 4517.

4.2.14 Соляная кислота по ГОСТ 3118, водный раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Допускается применение других средств измерения, метрологические характеристики которых не хуже, и реактивов, качество которых не ниже перечисленных.

* Международный стандарт — во ВНИИКИ Госстандарта России.

4.3 Проведение испытания

4.3.1 В стакане или в колбе взвешивают навеску пробы, масса которой выбрана в соответствии с таблицей 1, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Добавляют в колбу 50—100 см³ растворителя и при помощи магнитной мешалки растворяют пробу, затем добавляют 2 см³ дистиллированной воды, 1 см³ ледяной уксусной кислоты и сразу же начинают титровать полученный раствор.

Таблица 1

Массовая доля иона хлора, %	Масса навески пробы смолы, г
До 0,008	Около 10,0
Св. 0,008 до 0,050 включ.	От 4,0 до 6,0
Св. 0,050	От 2,0 до 4,0

4.3.2 Electroды приблизительно наполовину погружают в раствор. Бюретку с раствором азотнокислого серебра располагают так, чтобы ее конец был приблизительно на 10 мм выше уровня раствора в стакане или в колбе.

Записывают начальные показания бюретки и потенциометра.

Раствор азотнокислого серебра прибавляют медленно при непрерывном перемешивании, ожидая установления потенциала раствора.

В начале титрования при незначительном изменении потенциала раствор азотнокислого серебра прибавляют по 0,1 см³.

Если в дальнейшем потенциал изменяется на 10 мВ или больше, титрант прибавляют по 0,05 см³, а вблизи точки эквивалентности — по каплям около 0,02 см³. Титрование заканчивают постепенным прибавлением 0,2—0,3 см³ азотнокислого серебра после достижения значительного скачка потенциала.

Точку эквивалентности определяют по показанию прибора или по графику, построенному по полученным данным.

При массовой доле иона хлора выше 0,100 % допускается определять точку эквивалентности визуальным методом, используя в качестве индикатора раствор хромовокислого калия, титрование проводят до изменения окраски раствора от желтой до красно-коричневой.

В случае возникновения разногласий точку эквивалентности определяют по показанию прибора или по графику.

При испытании выполняют два параллельных определения с двумя навесками пробы.

4.3.3 Аналогичным образом проводят контрольный опыт без навески пробы испытуемой смолы.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю иона хлора X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c \cdot 35,5 \cdot 10^{-3}}{m_1} 100, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора с испытуемой пробой, см³;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора в контрольном опыте, см³;

c — точная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм³, вычисленная по ГОСТ 25794.1;

35,5 — молярная масса хлора, г/моль;

m_1 — масса пробы испытуемой смолы, г.

За результат испытания принимают среднееарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает норматива контроля сходимости, равного 30 %.

Результат записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Границы относительной суммарной погрешности результата испытания составляют ± 30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5 Метод определения массовой доли омыляемого хлора

5.1 Сущность метода

Метод заключается в омылении испытуемой пробы раствором гидроксида калия в смеси этиленгликоля с диоксаном и потенциометрическом титровании полученного раствора раствором азотнокислого серебра.

5.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы

Средства измерений и аппаратура по 4.2, а также следующие аппаратура и реактивы:

5.2.1 Шкаф сушильный.

5.2.2 Колба со шлифом вместимостью 100—250 см³ по ГОСТ 25336.

5.2.3 Холодильник шариковый по ГОСТ 25336.

5.2.4 Пипетки вместимостью 10, 50 см³ по ГОСТ 29227.

5.2.5 Этиленгликоль по ГОСТ 10164.

5.2.6 1,4-Диоксан по ГОСТ 10455.

5.2.7 Калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор концентрации $c(\text{KOH}) = 0,5$ моль/дм³ в смеси этиленгликоля по ГОСТ 10164 и 1,4-диоксана по ГОСТ 10455.

Раствор готовят следующим образом: растворяют 2,80 г гидроксида калия в 60 см³ этиленгликоля, затем прибавляют 40 см³ 1,4-диоксана.

5.2.8 Ацетон по ГОСТ 2603.

5.2.9 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³, приготовленный по ГОСТ 25794.3.

5.2.10 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,025$ моль/дм³, готовят разбавлением раствора концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³, приготовленного по ГОСТ 25794.3.

5.2.11 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,01$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1 разбавлением раствора концентрации $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$ моль/дм³, приготовленного по ГОСТ 25794.3.

5.2.12 Кислота серная по ГОСТ 4204, водный раствор концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Допускается применение других средств измерения, метрологические характеристики которых не хуже, и реактивов, качество которых не ниже перечисленных.

5.3 Проведение испытания

5.3.1 В колбе взвешивают навеску пробы, масса которой выбрана в соответствии с таблицей 2, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Пипеткой вносят в колбу 10 см³ раствора гидроксида калия в смеси этиленгликоля и 1,4-диоксана, вставляют в колбу холодильник, нагревают полученный раствор до кипения и кипятят его в течение не менее 20 мин.

Таблица 2

Массовая доля омыляемого хлора, %	Масса навески пробы смолы, г	Концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм ³
До 2	0,1—1,0	0,010
До 2	0,3—3,0	0,025
Св. 2 до 6	0,2—0,3	0,100
Св. 6	0,1	0,100

Затем выключают обогрев, охлаждают раствор до температуры окружающей среды и ополаскивают холодильник и шлиф 30 см³ ацетона в ту же колбу.

Содержимое колбы переносят в стакан для титрования, смывая 30—40 см³ ацетона, к полученному раствору добавляют 10 см³ раствора серной кислоты.

Стакан устанавливают на магнитную мешалку и титруют содержимое стакана раствором азотнокислого серебра соответствующей концентрации, как указано в 4.3.2.

При испытании выполняют два параллельных определения с двумя навесками пробы.

5.3.2 Аналогичным образом проводят контрольный опыт без навески пробы испытуемой смолы.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю омыляемого хлора X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_0) \cdot 35,5 \cdot 10^{-3} \cdot c}{m_2} 100 - X_1, \quad (2)$$

где V_2 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора испытуемой пробы, см³;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованного на титрование раствора в контрольном опыте, см³;

35,5 — молярная масса хлора, г/моль;

c — точная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм³, вычисленная по ГОСТ 25794.1;

m_2 — масса пробы испытуемой смолы, г;

X_1 — массовая доля иона хлора, %, вычисленная по формуле (1).

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значений норматива контроля сходимости, указанных в таблице 3.

Результат записывают с точностью до второго десятичного знака.

Границы относительной суммарной погрешности результата испытания при доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля омыляемого хлора, %	Норматив контроля сходимости, % абс.	Границы относительной суммарной погрешности результатов испытания, % отн. при $P = 0,95$
До 0,2	0,03	± 30
Св. 0,2 до 0,7 включ.	0,05	± 20
Св. 0,7 до 1,0 включ.	0,08	± 15
Св. 1,0 до 3,0 включ.	0,10	± 10
Св. 3,0 до 9,0 включ.	0,20	± 10
Св. 9,0	0,30	± 10

6 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

- наименование, сорт, марку продукции;
- обозначение нормативного или технического документа, по которому выпускается продукция;
- наименование предприятия-изготовителя и страны;
- наименование метода испытания и ссылку на настоящий стандарт;
- результаты испытания;
- дату испытания.

7 Контроль погрешности результатов испытания

7.1 Контроль повторяемости (сходимости)

7.1.1 Контроль повторяемости (сходимости) r проводят при каждом измерении сравнением результатов двух параллельных определений массовой доли иона хлора или массовой доли омыляемого хлора, выполненных в соответствии с настоящим стандартом одним исполнителем с использованием одних и тех же средств измерений и аппаратуры.

7.1.2 Результаты контроля повторяемости (сходимости) считают удовлетворительными при выполнении условия

$$|X_3 - X_4| < r, \quad (3)$$

где X_3 и X_4 — результаты параллельных определений массовой доли иона хлора или массовой доли омыляемого хлора, %;

r — норматив контроля повторяемости (сходимости) массовой доли иона хлора и массовой доли омыляемого хлора, значения которых приведены в 4.4.1 и 5.4.1 соответственно.

Если условие не выполняется, испытание повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.2 Контроль погрешности

7.2.1 Контроль погрешности проводят не реже 1 раза в 6 мес.

В качестве образцов для контроля погрешности используют пробы по 4.3.2 и 5.3.1: берут по две навески пробы, масса которых различается в 2—3 раза и анализируют их согласно разделам 4 и 5 настоящего стандарта соответственно.

7.2.2 Результаты контроля погрешности считают удовлетворительными при выполнении условия

$$|X_5 - X_6| < \Delta, \quad (4)$$

где X_5 и X_6 — результаты параллельных определений массовой доли иона хлора или массовой доли омыляемого хлора, %;

Δ — характеристика погрешности результата испытания ($P = 0,95$), значения которой приведены в 4.4.1 и 5.4.1 соответственно.

Если условие не выполняется, испытание повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Пластмассы. Эпоксидные смолы и глицидиловые эфиры.
Определение содержания неорганического хлора (ИСО 11376—97)

A.1 Назначение

Настоящий стандарт устанавливает метод прямого потенциометрического титрования для определения содержания неорганического хлора или хлор-иона в эпоксидных смолах и глицидиловых эфирах.

A.2 Нормативные ссылки

В настоящем приложении использована ссылка на следующий стандарт:

ИСО 3696—87 Вода для использования в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытаний

A.3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующим определением:

A.3.1 неорганический хлор; хлор-ион (Cl⁻): Содержание неорганического хлора, выраженное в миллиграммах на килограмм эпоксидной смолы или глицидилового эфира.

A.4 Сущность метода

Навеску испытуемой пробы растворяют в подходящем растворителе и определяют содержание неорганического хлора методом потенциометрического титрования стандартным титрованным раствором азотнокислого серебра.

A.5 Реактивы

Для анализа используют реактивы только известной аналитической чистоты и воду только марки 3 в соответствии с ИСО 3696.

A.5.1 Ацетон по ГОСТ 2603.

Если ацетон не растворяет эпоксидную смолу, используют бутанон (метил этил кетон) или ТГФ (тетрагидрофуран), или другой подходящий растворитель и указывают используемый растворитель в протоколе испытаний.

A.5.2 2-Пропанол.**A.5.3 Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.****A.5.4 Раствор азотнокислого серебра по ГОСТ 1277 в 2-пропаноле концентрации 0,002 моль/дм³.****A.5.4.1 Приготовление**

Растворяют 17,0 г азотнокислого серебра в воде и доводят объем раствора до 1 дм³ (0,1 моль/дм³). Помещают 20 см³ полученного 0,1 моль/дм³ водного раствора азотнокислого серебра в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем раствора до 1 дм³ 2-пропанолом.

A.5.4.2 Определение точной концентрации

Взвешивают с точностью до 0,1 мг 115—120 мг хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре от 500 °С до 600 °С и растворяют навеску в 1 дм³ воды.

Помещают 5 см³ раствора в стакан вместимостью 200 см³ и добавляют 100 см³ ацетона (A.5.1) и 2 см³ ледяной уксусной кислоты (A.5.3). Затем титруют потенциометрически раствором азотнокислого серебра, приготовленным по A.5.4.1.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт.

A.5.4.3 Вычисление концентрации

Концентрацию c , моль/дм³, вычисляют по формуле, округляя результат до третьего десятичного знака,

$$c = \frac{0,005 m}{58,45(V - V_0)}, \quad (\text{A.1})$$

где m — масса хлорида натрия, мг;

58,45 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

V — объем раствора азотнокислого серебра, используемый на титрование, см³;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, используемый в контрольном опыте, см³.

A.5.5 Натрий хлористый по ГОСТ 4233.**A.6 Аппаратура**

A.6.1 Аппаратура для потенциометрического титрования, включающая потенциометр, снабженный системой стеклянный-серебряный электрод, и титровальную установку; магнитную мешалку и микробюретку вместимостью 10 см³.

A.6.2 Аналитические весы с точностью взвешивания до 0,1 мг.

A.6.3 Стакан вместимостью 200 см³.

A.6.4 Цилиндр стеклянный градуированный вместимостью 100 см³.

A.6.5 Пипетки вместимостью 1 и 2 см³.

А.7 Проведение испытания

А.7.1 В стакане вместимостью 200 см³ (А.6.3) взвешивают с точностью до 0,1 мг 10 мг испытуемой пробы. Добавляют 100 см³ ацетона (А.5.1) и растворяют испытуемую пробу при комнатной температуре, используя магнитную мешалку (А.6.1).

А.7.2 Добавляют 2 см³ воды и 1 см³ ледяной уксусной кислоты (А.5.3).

А.7.3 Помещают стакан в титровальную установку (А.6.1) таким образом, чтобы электроды были приблизительно наполовину погружены в раствор. Микробюретку наполняют раствором азотнокислого серебра концентрации 0,002 моль/дм³ (А.5.4), располагая ее в установке так, чтобы поверхность жидкости в стакане была приблизительно на 10 мм ниже кончика микробюретки. Подбирают скорость мешалки, обеспечивающую сильное перемешивание без распыливания. Записывают начальные показания микробюретки и потенциометра.

А.7.4 Добавляют небольшие порции азотнокислого серебра и после установления потенциала раствора записывают показания микробюретки и потенциометра. При небольших изменениях потенциала каждая порция раствора азотнокислого серебра должна быть наиболее приближена к объему 0,1 см³.

Когда изменение потенциала будет более чем 5 мВ на 0,02 см³ раствора азотнокислого серебра, прибавляют азотнокислое серебро порциями менее 0,02 см³.

А.7.5 Титрование продолжают до тех пор, пока изменение потенциала будет менее 2 мВ на 0,02 см³ раствора азотнокислого серебра. Удаляют титруемый раствор, тщательно промывают электроды водой, затем осушают их хлопковой тканью и полируют до блеска тонкой наждачной шкуркой. Между испытаниями электроды хранят погруженными в дистиллированную воду.

А.7.6 Строят график зависимости между кумулятивными объемами добавляемого раствора азотнокислого серебра и соответствующими значениями потенциала. За точку эквивалентности принимают точку на графике в середине самой крутой части кривой. Определяют на кривой с точностью до 0,01 см³ объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный до достижения точки эквивалентности.

А.7.7 Проводят контрольный опыт в аналогичных условиях.

А.8 Обработка результатов

Содержание неорганического хлора w (Cl⁻), мг/кг, вычисляют по формуле

$$w(\text{Cl}^-) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \cdot 35,5 \cdot 1000}{m_0}, \quad (\text{A.2})$$

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра (А.5.4), израсходованный на титрование испытуемой пробы, см³;

V_2 — объем раствора азотнокислого серебра (А.5.4), израсходованный в контрольном опыте, см³;

c — концентрация раствора азотнокислого серебра (А.5.4), вычисленная согласно А.5.4.3, моль/дм³;

35,5 — молярная масса хлора, г/моль;

m_0 — масса испытуемой пробы, г.

Результат округляют до первого десятичного знака.

А.9 Прецизионность метода

Таблица А.1

Содержание неорганического хлора, мг/кг	Повторяемость (сходимость), мг/кг, $P = 0,95$		Воспроизводимость, мг/кг, $P = 0,95$	
	s_r	r	s_R	R
Менее 1	0,05	0,1	0,13	0,4
От 1 до 3	0,14	0,4	0,27	0,8
От 3 до 5	0,25	0,7	0,55	1,5

А.10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт;
- характеристику испытуемой пробы;
- используемый растворитель, если это не ацетон (А.5.1);
- результаты испытаний;
- дату испытания;
- любую другую необходимую информацию.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

**Пластмассы. Эпоксидные смолы и эпоксидные соединения.
Определение содержания общего омыляемого хлора (ИСО 13651—96)**

Б.1 Назначение

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего омыляемого хлора, содержащегося в эпоксидных смолах и эпоксидных соединениях.

Количество хлора, определяемое по данному методу, принимается в качестве общего омыляемого хлора и включает омыляемый органический хлор и неорганический хлор.

Б.2 Нормативные ссылки

В настоящем приложении использована ссылка на следующий стандарт:

ИСО 3696—87 Вода для использования в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытаний

Б.3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

Б.3.1 содержание общего омыляемого хлора: Отношение массы всего омыляемого органического и неорганического хлора в испытуемой пробе эпоксидной смолы или эпоксидного соединения к массе испытуемой пробы.

Примечание — Содержание неорганического хлора определяют по ИСО 11376.

Б.4 Принцип

Навеску испытуемой пробы растворяют в монобутиловом эфире диэтиленгликоля и раствор омыляют спиртовым раствором гидроксида калия при нагревании. Содержание общего омыляемого хлора определяют методом потенциометрического титрования раствора раствором азотнокислого серебра.

Б.5 Реактивы

Для анализа используют реактивы только известной аналитической чистоты и воду только марки 3 в соответствии с ИСО 3696.

Б.5.1 Монобутиловый эфир диэтиленгликоля.

Б.5.2 Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор концентрации 1 моль/дм³ в 1,2-пропандиоле.

Растворяют 56 г гидроксида калия в 1,2-пропандиоле, доводят объем раствора до 1 дм³ 1,2-пропандиолом и перемешивают раствор.

Б.5.3 Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Б.5.4 Ацетон по ГОСТ 2603.

Б.5.5 Водный раствор азотнокислого серебра по ГОСТ 1277 концентрации 0,1 моль/дм³.

Б.5.5.1 Приготовление

Растворяют 17,0 г азотнокислого серебра в воде и доводят объем раствора до 1 дм³.

Б.5.5.2 Определение точной концентрации

Взвешивают с точностью до 0,1 мг 5,845 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре от 500 °С до 600 °С, растворяют в воде и доводят объем раствора до 1 дм³ для получения концентрации раствора 0,1 моль/дм³. Пипеткой переносят 5 см³ раствора хлористого натрия в стакан вместимостью 200 см³ (Б.6.12) и добавляют 100 см³ ацетона (Б.5.4) и 2 см³ ледяной уксусной кислоты (Б.5.3). Затем титруют полученный раствор потенциометрически раствором азотнокислого серебра, приготовленного по Б.5.5.1.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт.

Б.5.5.3 Вычисление концентрации

Концентрацию c , моль/дм³, вычисляют по формуле, округляя результат до четвертого десятичного знака,

$$c = \frac{5m}{58,45(V_1 - V_0)}, \quad (\text{Б.1})$$

где m — масса израсходованного хлористого натрия, г;

58,45 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см³;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный в контрольном опыте, см³.

Б.5.6 Водный раствор азотнокислого серебра по ГОСТ 1277 концентрации 0,01 моль/дм³.

Б.5.6.1 Приготовление

Растворяют 1,70 г азотнокислого серебра в воде и доводят объем раствора до 1 дм³.

Б.5.6.2 Определение точной концентрации

Взвешивают с точностью до 0,1 мг 0,584 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре от 500 °С до 600 °С, растворяют в воде и доводят объем раствора до 1 дм³ для получения концентрации раствора 0,01 моль/дм³. Пипеткой переносят 5 см³ раствора хлористого натрия в стакан (Б.6.12) и добавляют в стакан 100 см³ ацетона (Б.5.4) и 2 см³ ледяной уксусной кислоты (Б.5.3). Затем титруют раствор потенциометрически раствором азотнокислого серебра, приготовленным по Б.5.6.1.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт.

Вычисляют концентрацию c (моль/дм³) по формуле (Б.1), округляя результаты до четвертого десятичного знака.

Б.6 Аппаратура

Б.6.1 Аппаратура для потенциометрического титрования, включающая потенциометр, снабженный серебряным электродом и хлорсеребряным или ртутным электродом, а также титровальную установку.

Б.6.2 Аналитические весы точностью до 0,1 мг.

Б.6.3 Магнитная мешалка (с покрытием из политетрафторэтилена).

Б.6.4 Мерная колба вместимостью 1 дм³.

Б.6.5 Нагревательная плитка или масляная баня, обеспечивающая нагревание до температуры выше 200 °С.

Б.6.6 Коническая колба вместимостью 200 см³ с притертой стеклянной пробкой.

Б.6.7 Шариковый холодильник.

Б.6.8 Градуированный стеклянный цилиндр вместимостью 50 см³.

Б.6.9 Пипетка вместимостью 5 см³.

Б.6.10 Фарфоровый тигель.

Б.6.11 Электрошкаф, обеспечивающий нагревание до температуры от 500 °С до 600 °С.

Б.6.12 Стакан вместимостью 200 см³.

Б.7 Проведение испытания

Б.7.1 В конической колбе вместимостью 200 см³ (Б.6.6) взвешивают с точностью до 0,1 мг:

- пробу, взятую в таком количестве, чтобы она содержала от 0,5 до 1,5 мг хлора, если ожидаемое содержание общего омыляемого хлора менее 1 %, или

- пробу, взятую в таком количестве, чтобы она содержала от 5 до 15 мг хлора, если ожидаемое содержание общего омыляемого хлора выше 1 %.

Б.7.2 Добавляют 25 см³ монобутилового эфира диэтиленгликоля (Б.5.1) и растворяют навеску.

Б.7.3 Добавляют 25 см³ раствора гидроксида калия в 1,2-пропандиоле концентрации 1 моль/дм³ (Б.5.2). Нагревают полученный раствор на нагревательной плитке или масляной бане (Б.6.5) с шариковым холодильником в течение 10 мин при перемешивании.

Б.7.4 Охлаждают раствор, затем добавляют 5 см³ ацетона (Б.5.4) так, чтобы он стекал вниз по шариковому холодильнику (Б.6.7).

Б.7.5 Переносят раствор из колбы в стакан вместимостью 200 см³ (Б.6.12). Омывают три раза внутреннюю поверхность колбы в стакан, используя ледяную уксусную кислоту (Б.5.3) общим объемом 50 см³.

Б.7.6 Погружают электроды (Б.6.1) в раствор. Подбирают скорость мешалки таким образом, чтобы обеспечить сильное перемешивание без расплескивания.

Б.7.7 Проводят потенциометрическое титрование с помощью:

- раствора азотнокислого серебра концентрации 0,01 моль/дм³ (Б.5.6), если ожидаемое содержание общего омыляемого хлора менее 1 %;

- раствора азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм³ (Б.5.5), если ожидаемое содержание общего омыляемого хлора более 1 %.

Б.7.8 Аналогичным образом проводят контрольный опыт.

Б.8 Обработка результатов

Содержание общего омыляемого хлора w (Cl), мг/кг (частей на миллион по массе), вычисляют по формуле, округляя результат до третьего десятичного знака,

$$w(\text{Cl}) = \frac{35,45 \cdot c (V_1 - V_0) 1000}{m}, \quad (\text{Б.2})$$

где 35,45 — молярная масса хлора, г/моль;

c — концентрация используемого раствора азотнокислого серебра (Б.5.5 или Б.5.6), моль/дм³;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра (Б.5.5 или Б.5.6), израсходованный на титрование испытуемой пробы, см³;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра (Б.5.5 или Б.5.6), израсходованный в контрольном опыте, см³;

m — масса испытуемой пробы, г.

Б.9 Прецизионность метода

Значения повторяемости (сходимости) и воспроизводимости, вычисленные по результатам круговых испытаний, приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Тип эпоксидной смолы	Повторяемость (сходимость), мг/кг, $P = 0,95$		Воспроизводимость, мг/кг, $P = 0,95$		Среднее значение содержания общего омыляемого хлора, мг/кг
	s_r	r	s_R	R	
ВРА	32	90	46	129	1497
ECN	28	78	37	104	1071
<p>Примечание — В настоящей таблице используют следующие сокращения и обозначения:</p> <p>ВРА — жидкая эпоксидная смола, бисфенольная типа А;</p> <p>ECN — твердая эпоксидная смола, <i>o</i>-крезольная новолачного типа;</p> <p>s_r — стандартное отклонение повторяемости (сходимости) (в пределах лаборатории);</p> <p>r — предел повторяемости (сходимости);</p> <p>s_R — стандартное отклонение воспроизводимости (межлабораторные данные);</p> <p>R — предел воспроизводимости.</p>					

Б.10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт;
- характеристику испытуемой пробы;
- результаты испытания;
- дату испытания;
- другую необходимую информацию.

Ключевые слова: неорганический хлор, омыляемый хлор, общий омыляемый хлор, потенциметрическое титрование, растворы азотнокислого серебра

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.И. Власова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 18.03.2003. Подписано в печать 09.04.2003. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35.
Тираж 234 экз. С 10268. Зак. 338.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Пар № 080102