ГОСТ Р 50486—93
(ИСО 8988—89)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ. СМОЛЫ ФЕНОЛЬНЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ГЕКСАМЕТИЛЕНТЕТРАМИНА

Издание официальное

БЗ 1—93/54

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.632.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ. СМОЛЫ ФЕНОЛЬНЫЕ

Определение содержания гексаметилентетрамина

Plastics. Phenolic resins. Determination of hexamethylenetetramine content

ГОСТ Р 50486—93

(ИСО 8988—89)

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.94

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения содержания гексаметилентетрамина («гекса») в фенольных смолах. Оба метода эквивалентны. Метод Кьельдаля, описанный в разд. 2, неприменим, если в фенольной смоле имеются компоненты, содержащие азот. Метод с использованием хлорной кислоты, описанный в разд. 3, применим только в случае, когда в смоле не содержатся основные или кислотные добавки.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. МЕТОД КЬЕЛЬДАЛЯ

Предупреждение. В целях безопасности определение азота методом Кьельдаля должно проводиться в вытяжном шкафу.

2.1. Назначение

Настоящий раздел устанавливает метод определения суммарного азота в фенольных смолах в пересчете на гексаметилентетрамин.

2.2. Сущность метода

Превращение гексаметилентетрамина в испытуемой пробе в бисульфат аммония в горячей концентрированной серной кислоте в присутствии каталитической смеси.

Превращение бисульфата аммония в сульфат натрия и аммиак реакцией с гидроокисью натрия.

Перегонка аммиака и поглощение его соляной (хлористоводородной) кислотой.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

Титрование избытка соляной кислоты стандартным титрованным раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора.

2.3. Реактивы

При проведении анализа, если нет других указаний, используют реактивы только аналитического качества, не содержащие азот, и только дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты.

2.3.1. Кислота серная, концентрированная по ГОСТ 4204.

2.3.2. Каталитическая смесь Кьельдаля, содержащая 97 г декагидрата сульфата натрия ($Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$) по ГОСТ 4171, 1,5 г пентагидрата сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 4165 и 1,5 г селена (Se) по ГОСТ 10298.

2.3.3. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 30%-й раствор (по массе).

2.3.4. Кислота соляная по ГОСТ 3118, *с* (HCl) = 0,10 моль/л.

2.3.5. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, стандартный титрованный раствор, *с* (NaOH) = 0,10 моль/л.

2.3.6. Смешанный индикатор, раствор.

Растворяют 60 мг метилового красного по ТУ 6—09—5169 и 40 мг метиленового голубого по ТУ 6—09—29 в 100 мл этанола по ГОСТ 18300.

2.3.7. Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, 0,1%-й раствор (по массе).

2.4. Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и по пп. 2.4.1—2.4.5

2.4.1. Колба Кьельдаля по ГОСТ 25336, вместимостью 250 или 300 мл для процесса разложения.

2.4.2. Установка для перегонки, *снабженная делительной воронкой и каплеотборником* (промышленностью выпускаются различные модели).

2.4.3. Бюретка вместимостью 50 мл с ценой деления 0,1 мл по ГОСТ 20292.

2.4.4. Аналитические весы с точностью до 1 мг.

Допускается применять весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 20 г, 2-го класса точности, допускаемой погрешностью ±0,1 мг.

2.4.5. Гранулы из карбида кремния для предотвращения кипения толчками.

2.5. Проведение испытания

2.5.1. *Разложение при нагревании*

В колбу Кьельдаля (п. 2.4.1) взвешивают 1—2 г фенольной смолы с точностью до 1 мг.

Добавляют 5 г каталитической смеси (п. 2.3.2), 25 мл концентрированной серной кислоты (п. 2.3.1) и осторожно нагревают, пока цвет смеси в результате разложения не изменится от черного или янтарного до светлого. Затем увеличивают скорость нагрева-

ния в течение 5 мин от изменения цвета и до возможного кипения.

После разложения жидкость охлаждают приблизительно до комнатной температуры, но не допуская загустения.

Осторожно добавляют 100 мл воды и переносят раствор количественно, промывая водой *(около 200 мл)*, в колбу установки для перегонки.

Добавляют несколько гранул карбида кремния (п. 2.4.5) для предотвращения кипения толчками *и 5 капель фенолфталеина (п. 2.3.7) 0,1%-го раствора.* Затем к этому раствору добавляют *(около 100 мл)* 30%-й (по массе) раствор NaOH (п. 2.3.3) до получения щелочной реакции *(слегка розовой окраски)*.

Перегоняют аммиак с водяным паром в приемник, содержащий 50 мл соляной кислоты (п. 2.3.4). Перегонку продолжают до тех пор, пока не будет собрано около 300 мл воды.

2.5.2. *Титрование*

Закончив перегонку, добавляют к содержимому приемника несколько капель раствора смешанного индикатора (п. 2.3.6) и титруют избыток соляной кислоты раствором гидроокиси натрия (п. 2.3.5), используя бюретку (п. 2.4.3).

2.6. Обработка результатов

Содержание гексаметилентетрамина, выраженное в процентах по массе, вычисляют по формуле

$$\frac{0{,}35 \cdot (V_0 - V_1)}{m_0},$$

где V_0 — объем соляной кислоты (п. 2.3.4) в приемнике установки для перегонки, мл;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия (п. 2.3.5), пошедший на обратное титрование, мл;

m_0 — масса испытуемой пробы, г.

2.7. Воспроизводимость

Результаты воспроизводимы в пределах 0,30% (по массе) гексаметилентетрамина.

2.8. Число определений

Выполняют два определения. Если результаты отличаются более чем на 5%, испытание повторяют, выполняя снова два определения. Вычисляют среднее арифметическое двух отдельных результатов.

3. МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ

3.1. Назначение

Настоящий раздел устанавливает метод определения гексаметилентетрамина в фенольных смолах прямым титрованием. На

результаты определения оказывает влияние присутствие кислотных или основных добавок. В таких случаях рекомендуется использовать метод Кьельдаля.

3.2. Сущность метода

Определение одной из третичных аминогрупп гексаметилентетрамина в испытуемой пробе титрованием хлорной кислотой.

3.3. Реактивы

При проведении анализа, если нет других указаний, используют реактивы только аналитического качества, не содержащие азот, и только дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты.

3.3.1. Гексаметилентетрамин *марок С (высший сорт) и* М по ГОСТ 1381

3.3.2. Ацетон по ГОСТ 2603.

3.3.3. Кислота хлорная по ТУ 6—09—2878, 70%-й (по объему) раствор.

Предупреждение. Хлорная кислота опасна в присутствии органического вещества, поскольку может произойти взрыв, если хлорная кислота в избытке.

3.4. Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и по пп. 3.4.1—3.4.6

3.4.1. Магнитная мешалка

3.4.2. Автоматическая бюретка, номинальной вместимостью не менее 15 мл, с ценой деления 0,1 мл, с краном, изготовленным из политетрафторэтилена.

Допускается применять бюретки 1—2—25—0,1 и 5—1—25 по ГОСТ 20292.

3.4.3. Стаканы вместимостью 100 мл по ГОСТ 25336.

3.4.4. Градуированный цилиндр вместимостью 1000 мл по ГОСТ 1770.

3.4.5. Аналитические весы с точностью до 0,1 и 1 мг.

Допускается применять весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 20 г, с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг по ГОСТ 24104.

3.4.6. pH-метр.

3.5. Проведение испытания

3.5.1. Приготовление и титрование раствора хлорной кислоты в ацетоне

8 мл раствора хлорной кислоты (п. 3.3.3) помещают в градуированный цилиндр вместимостью 1000 мл (п. 3.4.4) и разбавляют до 1000 мл ацетоном (п. 3.3.2).

Титр полученного раствора устанавливают по гексаметилентетрамину, как описано ниже.

Взвешивают с точностью до 0,1 мг около 150—170 мг гексаметилентетрамина (п. 3.3.1) в стакане (п. 3.4.3) вместимостью

100 мл, добавляют 30—40 мл ацетона (п. 3.3.2) и титруют, как описано в п. 3.5.2.

Примечание. Потемнение раствора не оказывает влияние на результат титрования.

Титр Т, выраженный в миллиграммах гексаметилентетрамина на миллилитр раствора, определяют по формуле

$$\frac{m_1}{V_2},$$

где m_1 — масса гексаметилентетрамина, мг;

V_2 — объем раствора хлорной кислоты, необходимый для снижения pH ниже нуля, мл.

Рекомендуется титр раствора хлорной кислоты в ацетоне определять ежедневно.

3.5.2. *Титрование*

В стакан вместимостью 100 мл взвешивают с точностью до 1 мг фенольную смолу в количестве, равном 100-кратному значению титра, определенного по п. 3.5.1, добавляют 30—40 мл ацетона (п. 3.3.2) и помещают магнитный стержень для перемешивания. Стакан помещают на магнитную мешалку (п. 3.4.1), вставляют стеклянный электрод pH-метра (п. 3.4.6) и включают мешалку и pH-метр.

Когда смола растворится, добавляют раствор хлорной кислоты, приготовленный по п. 3.5.1, медленно по каплям до тех пор, пока значение pH не упадет резко ниже нуля.

Так как смола растворяется в ацетоне быстрее, чем гексаметилентетрамин, значение pH может подняться выше нуля в результате продолжающегося процесса растворения гексаметилентетрамина. Титрование продолжают до тех пор, пока значение pH остается постоянным, незначительно ниже нуля.

3.6. Обработка результатов

Содержание гексаметилентетрамина, выраженное в процентах по массе, определяют по формуле

$$\frac{V_2 \cdot T \cdot 100}{m_0},$$

где V_2 — объем раствора хлорной кислоты, пошедший на титрование, мл;

T — титр, выраженный в миллиграммах гексаметилентетрамина на миллилитр раствора хлорной кислоты, определенный по п. 3.5.1;

m_0 — масса испытуемой пробы, мг.

3.7. Число определений

Выполняют два определения. Если результаты отличаются более чем на 5%, испытание повторяют, выполняя снова два определения.

Вычисляют среднее арифметическое двух результатов.

4. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий стандарт и метод (метод Кьельдаля или метод с использованием хлорной кислоты);

б) полную идентификацию испытуемой смолы;

в) содержание гексаметилентетрамина, выраженное в процентах по массе:

отдельные результаты;

среднее арифметическое значение;

г) дату испытания.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 49 «Продукция на основе фенолоформальдегидных смол (фенопласты)»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 08.02.93 № 32**

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 8988—89 «Пластмассы. Смолы фенольные. Определение содержания гексаметилентетрамина» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1381—73	3.3.1
ГОСТ 1770—74	3.4.4
ГОСТ 2603—79	3.3.2
ГОСТ 3118—77	2.3.4
ГОСТ 4165—78	2.3.2
ГОСТ 4171—76	2.3.2
ГОСТ 4204—77	2.3.1
ГОСТ 4328—77	2.3.3, 2.3.5
ГОСТ 6709—72	2.3, 3.3
ГОСТ 10298—79	2.3.2
ГОСТ 18300—87	2.3.6
ГОСТ 20292—74	2.4.3, 3.4.2
ГОСТ 24104—88	2.4.4, 3.4.5
ГОСТ 25336—82	2.4.1, 3.4.3
ТУ 6—09—29—76	2.3.6
ТУ 6—09—2878—84	3.3.3
ТУ 6—09—5169—84	2.3.6
ТУ 6—09—5360—88	2.3.7

Редактор *В. М. Лысенкина*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 24.02.93. Подп. к печ. 11.05.93. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 417 экз. С 181.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 125

gost.e-ecolog.ru