15973-82

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПЛАСТМАССЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЫ

ГОСТ 15973–82
(СТ СЭВ 2540–80)

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

С. С. Иванчёв, В. М. Южин, Г. С. Попова, Е. И. Новикова, Н. Б. Каширина

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Зам. министра З. Н. Поляков

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам № 2002 от 20 мая 1982 г.

УДК 678.5.01 : 543.822 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 15973—82

(СТ СЭВ 2540—80)

ПЛАСТМАССЫ

Методы определения золы

Plastics. Methods for determination of ash

Взамен
ГОСТ 15973—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1982 г. № 2002 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1990 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на пластмассы и устанавливает методы определения золы и сульфатной золы.

Настоящий стандарт не распространяется на кремнийорганические пластмассы и фторопласты.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2540—80.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

Печь муфельная типа «Снол» 1,6.2,5.1/П--М-1 или любая другая печь муфельная, обеспечивающая регулирование температуры в диапазонах: (600±25); (750±50); (850±50); (950±50)°С.

Горелка газовая или другой источник тепла.

Эксикатор по ГОСТ 6371—73, заполненный хлористым кальцием, либо другим осушителем, не взаимодействующим с золой.

Тигли кварцевые Н-100 (80, 50, 40) ГОСТ 19908—80.

Тигли фарфоровые низкие 3--6 ГОСТ 9147—80.

Тигли платиновые 100—11, 100—10, 100—9, 100—8, 100—7 с крышками ГОСТ 6563—75.

Чашки платиновые 118--4, 118--6 ГОСТ 6563—75.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 7148—70.

Пипетки 2--1--20 ГОСТ 20292—74.

Кальций хлористый по ГОСТ 4460—77, ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, концентрированная и раствор 1 : 1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1982

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, 10 %-ный раствор.
Аммоний углекислый безводный по ГОСТ 3770—75.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Химические реактивы применяют со степенью чистоты ч.д.а., если в нормативно-технической документации на конкретную продукцию нет других указаний.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Массу пробы указывают в нормативно-технической документации на конкретную продукцию. Если такие указания отсутствуют, то массу пробы выбирают по таблице в зависимости от предполагаемой массовой доли золы.

Предполагаемая массовая доля золы, %	Масса пробы, г	Предполагаемая масса золы, мг
0,002—0,01	Не менее 200	От 2 до 50
Свыше 0,01 до 0,05	» 100	» 10 » 50
» 0,05 » 0,10	» 50	» 25 » 50
» 0,10 » 0,20	» 25	» 25 » 50
» 0,20	Не более 10	» 20 » 50

Примечание. Если предполагаемая массовая доля золы неизвестна, то проводят предварительное ее определение.

2.2. Пробу взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в бюксе, предварительно взвешенной с той же погрешностью.

2.3. Пробу переводят в тигель (чашку), предварительно прокаленный до постоянной массы, охлажденный в течение 1 ч в эксикаторе и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г. Бюксу после этого снова взвешивают с той же погрешностью и точную массу пробы вычисляют по разности первого и второго взвешиваний.

2.4. Тигель (чашка) должен быть заполнен не более чем наполовину объема по высоте.

Озоление проб большого объема (превышающего половину объема тигля) следует проводить порциями, удобными для озоления до тех пор, пока вся проба не будет сожжена, охлаждая каждый раз тигель перед добавлением следующей порции пробы.

2.5. Пробы пластмасс с низкой насыпной плотностью перед анализом таблетируют.

2.6. Допускается пробу взвешивать непосредственно в тигле (чашке), если она вся помещается в нем.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ

3.1. Сущность метода

Метод заключается в озолении пробы пластмассы и последующем прокаливании остатка в муфельной печи до постоянной массы.

3.2. Проведение анализа

Пробу равномерно распределяют по основанию тигля и осторожно нагревают до полного озоления, не допуская воспламенения пробы. После озоления тигель помещают в муфельную печь и прокаливают в течение 30 мин при температуре, указанной в нормативно-технической документации на конкретную продукцию, затем охлаждают в эксикаторе в течение 1 ч и взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока разность результатов двух последовательных взвешиваний будет не более 0,0002 г.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАТНОЙ ЗОЛЫ (Метод А)

4.1. Сущность метода

Метод заключается в озолении пробы, последующем добавлении серной кислоты (для превращения окислов и солей металлов в их сульфаты) и прокаливании остатка в муфельной печи до постоянной массы.

4.2. Проведение анализа

Пробу материала озоляют в соответствии с п. 3.2.

После озоления пробы и ее охлаждения в тигель (чашку) прибавляют по каплям раствор серной кислоты до полного увлажнения золы, избегая бурной реакции. Тигель (чашку) осторожно нагревают до удаления паров серной кислоты. Если после охлаждения заметны следы обуглившейся пластмассы, то добавляют от 1 до 5 капель раствора азотнокислого аммония и снова осторожно нагревают до удаления паров. После охлаждения пробы добавляют от 1 до 5 капель серной кислоты и осторожно нагревают до удаления паров серной кислоты. Пробу охлаждают и добавляют от 1 до 5 г углекислого аммония для нейтрализации избыточной серной кислоты и осторожно нагревают, избегая потерь золы, до удаления паров, после чего тигель (чашку) помещают в муфельную печь и прокаливают в соответствии с п. 3.2.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУЛЬФАТНОЙ ЗОЛЫ (Метод В)

5.1. Сущность метода

Метод заключается в озолении пробы, предварительно обработанной серной кислотой, и последующем прокаливании остатка в муфельной печи до постоянной массы.

Примечание. Метод В применяется в случае наличия в пластмассе летучих соединений металлов.

5.2. Проведение анализа

До начала озоления в тигель с пробой добавляют концентрированную серную кислоту до полного смачивания пробы, накры-

вают тигель крышкой таким образом, чтобы имелась возможность удаления паров серной кислоты без потерь золы, и проводят озоление пробы в пламени горелки.

При испытании пластмасс, в процессе озоления которых возможно пенообразование, тигель помещают в отверстие асбестовой пластины так, чтобы пламя не охватило всего тигля, и осторожно озоляют пробу. После озоления тигель помещают в муфельную печь и прокаливают в соответствии с п. 3.2.

Условия определения золы и сульфатной золы по методу В конкретной продукции приведены в обязательном приложении.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю золы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100,$$

где m_1 — масса золы после прокаливания в муфельной печи, г;

m_0 — масса пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение не менее двух определений, которое не должно отличаться более чем на 10 % от минимального значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ и округляют до второго десятичного знака, если в нормативно-технической документации на конкретную продукцию нет иных указаний.

6.2. Протокол анализа должен содержать следующие данные:

вид, обозначение и полное описание испытуемой пластмассы;

дату изготовления;

метод определения;

температуру прокаливания и массу отдельной пробы;

предварительную обработку пробы;

массовую долю золы в процентах (отдельные результаты и среднее арифметическое значение);

дату и обозначение настоящего стандарта.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

1. Метод определения золы применяется для анализа полистирольных пластмасс и полиолефинов, полученных на каталитических системах, не дающих летучих компонентов при сжигании

При определении золы по этому методу тигель с пробой помещают в муфельную печь, предварительно нагретую до (400±50)°С и медленно сжигают пробу, избегая воспламенения, постепенно поднимая температуру до (600±50)°С. После полного сгорания пробы температуру печи повышают до (850±50)°С и прокаливают остаток в течение 30 мин при анализе полиэтилена, 1 ч — полистирола. После чего анализ заканчивают по п. 3.2.

2. Метод В определения сульфатной золы применяется для анализа поливинилацетатных пластмасс, пентапластов и полиолефинов, полученных на каталитических системах, дающих летучие компоненты при сжигании.

При определении сульфатной золы по методу В в платиновый тигель (чашку) с пробой вводят серную кислоту до полного смачивания пробы и ставят в муфельную печь, предварительно нагретую до (400±50)°С, постепенно повышая температуру до (600±50)°С, избегая воспламенения (возможного пенообразования), до полного разложения пластмассы и удаления белых паров. Затем температуру повышают до (850±50)°С или выше (в зависимости от указаний на материал) и прокаливают остаток в течение 1 ч. Остаток, охлажденный до температуры ниже 100°С, смачивают раствором азотнокислого аммония и после нагревания и удаления его паров снова прокаливают при той же температуре в течение 30 мин. После чего анализ заканчивают по п. 3.2.

3. При анализах допускается уменьшение массы навески до 20% от указанной в таблице.

При возникших разногласиях навеска должна соответствовать указанной в таблице.

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *В. И. Кануркина*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 04.05.82 Подп. к печ. 27.07.82 0,5 п. л. 0,33 уч.-изд. л Тир 16000 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 726