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

gost.e-ecolog.ru

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 содержания 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

Издание официальное

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 Иономер любого типа с вспомогательным электродом типа ЭВЛ-1М3, 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 (HCl) = 0,1 моль/дм^3, 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 см^3 по ГОСТ 25336.

4.2.5 Цилиндр мерный вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

4.2.6 Колба мерная вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

4.2.7 Пипетки вместимостью 1, 2, 25, 50 см^3 по ГОСТ 29227.

4.2.8 Бюретка вместимостью 10 см^3 с ценой деления 0,02 см^3 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 ($AgNO_3$) = = 0,01 моль/дм^3; готовят по ГОСТ 25794.1 разбавлением раствора концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,1 моль/дм^3, 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 (HCl) = 0,1 моль/дм^3, 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 см^3 растворителя и при помощи магнитной мешалки растворяют пробу, затем добавляют 2 см^3 дистиллированной воды, 1 см^3 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 Электроды 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 см^3.

Если в дальнейшем потенциал изменяется на 10 мВ или больше, титрант прибавляют по 0,05 см^3, а вблизи точки эквивалентности — по каплям около 0,02 см^3. Титрование заканчивают постепенным прибавлением 0,2—0,3 см^3 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

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

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора с испытуемой пробой, см^3;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора в контрольном опыте, см^3;

c — точная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3, вычисленная по ГОСТ 25794.1;

35,5 — молярная масса хлора, г/моль;

m_1 — масса пробы испытуемой смолы, г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое 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 гидроокиси 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 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.2.3 Холодильник шариковый по ГОСТ 25336.

5.2.4 Пипетки вместимостью 10, 50 $см^3$ по ГОСТ 29227.

5.2.5 Этиленгликоль по ГОСТ 10164.

5.2.6 1,4-Диоксан по ГОСТ 10455.

5.2.7 Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор концентрации c (KOH) = 0,5 моль/$дм^3$ в смеси этиленгликоля по ГОСТ 10164 и 1,4-диоксана по ГОСТ 10455.

Раствор готовят следующим образом: растворяют 2,80 г гидроокиси калия в 60 $см^3$ этиленгликоля, затем прибавляют 40 $см^3$ 1,4-диоксана.

5.2.8 Ацетон по ГОСТ 2603.

5.2.9 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,1 моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 25794.3.

5.2.10 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,025 моль/$дм^3$, готовят разбавлением раствора концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/$дм^3$, приготовленного по ГОСТ 25794.3.

5.2.11 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,01 моль/$дм^3$; готовят по ГОСТ 25794.1 разбавлением раствора концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,1 моль/$дм^3$, приготовленного по ГОСТ 25794.3.

5.2.12 Кислота серная по ГОСТ 4204, водный раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = = 1 моль/$дм^3$, 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 $см^3$ раствора гидроокиси 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 $см^3$ ацетона в ту же колбу.

Содержимое колбы переносят в стакан для титрования, смывая 30—40 $см^3$ ацетона, к полученному раствору добавляют 10 $см^3$ 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

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

где V_2 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора испытуемой пробы, см^3;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованного на титрование раствора в контрольном опыте, см^3;

35,5 — молярная масса хлора, г/моль;

c — точная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, моль/дм^3, 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)

А.1 Назначение

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

А.2 Нормативные ссылки

В настоящем приложении использована ссылка на следующий стандарт:

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

А.3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

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

А.4 Сущность метода

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

А.5 Реактивы

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

А.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.

А.5.2 2-Пропанол.

А.5.3 Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

А.5.4 Раствор азотнокислого серебра по ГОСТ 1277 в 2-пропаноле концентрации 0,002 моль/дм^3.

А.5.4.1 Приготовление

Растворяют 17,0 г азотнокислого серебра в воде и доводят объем раствора до 1 дм^3 (0,1 моль/дм^3). Помещают 20 см^3 полученного 0,1 моль/дм^3 водного раствора азотнокислого серебра в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят объем раствора до 1 дм^3 2-пропанолом.

А.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 дм^3 воды.

Помещают 5 см^3 раствора в стакан вместимостью 200 см^3 и добавляют 100 см^3 ацетона (А.5.1) и 2 см^3 ледяной уксусной кислоты (А.5.3). Затем титруют потенциометрически раствором азотнокислого серебра, приготовленным по А.5.4.1.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт.

А.5.4.3 Вычисление концентрации

Концентрацию c, моль/дм^3, вычисляют по формуле, округляя результат до третьего десятичного знака,

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

где m — масса хлорида натрия, мг;

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

V — объем раствора азотнокислого серебра, используемый на титрование, см^3;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, используемый в контрольном опыте, см^3.

А.5.5 Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

А.6 Аппаратура

А.6.1 Аппаратура для потенциометрического титрования, включающая потенциометр, снабженный системой стеклянный-серебряный электрод, и титровальную установку; магнитную мешалку и микробюретку вместимостью 10 см^3.

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

А.6.3 Стакан вместимостью 200 см^3.

А.6.4 Цилиндр стеклянный градуированный вместимостью 100 см^3.

А.6.5 Пипетки вместимостью 1 и 2 см^3.

А.7 Проведение испытания

А.7.1 В стакане вместимостью 200 см^3 (А.6.3) взвешивают с точностью до 0,1 мг 10 мг испытуемой пробы. Добавляют 100 см^3 ацетона (А.5.1) и растворяют испытуемую пробу при комнатной температуре, используя магнитную мешалку (А.6.1).

А.7.2 Добавляют 2 см^3 воды и 1 см^3 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/дм^3 (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 расплескивания. 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 см^3.

Когда изменение потенциала будет более чем 5 мВ на 0,02 см^3 раствора азотнокислого серебра, прибавляют азотнокислое серебро порциями менее 0,02 см^3.

А.7.5 Титрование продолжают до тех пор, пока изменение потенциала будет менее 2 мВ на 0,02 см^3 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 см^3 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

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

где V_1 — объем раствора азотнокислого серебра (А.5.4), израсходованный на титрование испытуемой пробы, см^3;

V_2 — объем раствора азотнокислого серебра (А.5.4), израсходованный в контрольном опыте, см^3;

c — концентрация раствора азотнокислого серебра (А.5.4), вычисленная согласно А.5.4.3, моль/дм^3;

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 гидроокиси 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/дм^3 в 1,2-пропандиоле.

Растворяют 56 г гидроокиси калия в 1,2-пропандиоле, доводят объем раствора до 1 дм^3 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/дм^3.

Б.5.5.1 Приготовление

Растворяют 17,0 г азотнокислого серебра в воде и доводят объем раствора до 1 дм^3.

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 дм^3 для получения концентрации раствора 0,1 моль/дм^3. Пипеткой переносят 5 см^3 раствора хлористого натрия в стакан вместимостью 200 см^3 (Б.6.12) и добавляют 100 см^3 ацетона (Б.5.4) и 2 см^3 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/дм^3, вычисляют по формуле, округляя результат до четвертого десятичного знака,

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

где m — масса израсходованного хлористого натрия, г;

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

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см^3;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный в контрольном опыте, см^3.

Б.5.6 Водный раствор азотнокислого серебра по ГОСТ 1277 концентрации 0,01 моль/дм^3.

Б.5.6.1 Приготовление

Растворяют 1,70 г азотнокислого серебра в воде и доводят объем раствора до 1 дм^3.

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 $дм^3$ для получения концентрации раствора 0,01 моль/$дм^3$. Пипеткой переносят 5 $см^3$ раствора хлористого натрия в стакан (Б.6.12) и добавляют в стакан 100 $см^3$ ацетона (Б.5.4) и 2 $см^3$ 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/$дм^3$) 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 $дм^3$.

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

Б.6.6 Коническая колба вместимостью 200 $см^3$ с притертой стеклянной пробкой.

Б.6.7 Шариковый холодильник.

Б.6.8 Градуированный стеклянный цилиндр вместимостью 50 $см^3$.

Б.6.9 Пипетка вместимостью 5 $см^3$.

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 $см^3$.

Б.7 Проведение испытания

Б.7.1 В конической колбе вместимостью 200 $см^3$ (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 $см^3$ монобутилового эфира диэтиленгликоля (Б.5.1) и растворяют навеску.

Б.7.3 Добавляют 25 $см^3$ раствора гидроокиси калия в 1,2-пропандиоле концентрации 1 моль/$дм^3$ (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 $см^3$ 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 $см^3$ (Б.6.12). Омывают три раза внутреннюю поверхность колбы в стакан, используя ледяную уксусную кислоту (Б.5.3) общим объемом 50 $см^3$.

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/$дм^3$ (Б.5.6), если ожидаемое содержание общего омыляемого хлора менее 1 %;
- раствора азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/$дм^3$ (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,

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

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

c — концентрация используемого раствора азотнокислого серебра (Б.5.5 или Б.5.6), моль/$дм^3$;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра (Б.5.5 или Б.5.6), израсходованный на титрование испытуемой пробы, $см^3$;

V_0 — объем раствора азотнокислого серебра (Б.5.5 или Б.5.6), израсходованный в контрольном опыте, $см^3$;

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	
BPA	32	90	46	129	1497
ECN	28	78	37	104	1071

Примечание — В настоящей таблице используют следующие сокращения и обозначения:
BPA — жидкая эпоксидная смола, бисфенольная типа А;
ECN — твердая эпоксидная смола, *о*-крезольная новолачного типа;
s_r — стандартное отклонение повторяемости (сходимости) (в пределах лаборатории);
r — предел повторяемости (сходимости);
s_R — стандартное отклонение воспроизводимости (межлабораторные данные);
R — предел воспроизводимости.

Б.10 Протокол испытания

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

УДК 678.686.001.4:006.354 ОКС 83.080.10 Л29 ОКСТУ 2209

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. 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.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru