ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57571— 2017 (ИСО 9702:1996)

ОТВЕРДИТЕЛИ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Определение содержания азота первичных, вторичных и третичных аминогрупп

(ISO 9702:1996,
Plastics — Amine epoxide hardeners — Determination of primary, secondary and tertiary amine group nitrogen content,
MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») совместно с автономной некоммерческой организацией «Стандарткомпозит» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ТК 060

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 060 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2017 г. № 783-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 9702:1996 «Пластмассы. Аминные отвердители эпоксидных смол. Определение содержания азота первичных, вторичных и третичных аминогрупп» (ISO 9702:1996 «Plastics. Amine epoxide hardeners. Determination of primary, secondary and tertiary amine group nitrogen content», MOD). При этом дополнительные ссылки, слова, фразы, показатели, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации, выделены курсивом. Также изменены некоторые обозначения содержания азота в различных группах для их более оптимального обозначения.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

Раздел, содержащий сведения о прецизионности метода испытаний, не включен в основную часть настоящего стандарта, так как носит справочный характер и приведен в дополнительном приложении ДА.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы и аппаратура 3
6 Проведение испытаний 5
7 Обработка результатов 6
8 Протокол испытаний 8
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта 9
Приложение ДБ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ОТВЕРДИТЕЛИ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Определение содержания азота первичных, вторичных и третичных аминогрупп

Hardeners for epoxide resins. Determination of primary, secondary and tertiary amine group nitrogen content

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания азота первичных, вторичных и третичных аминогрупп в отвердителях эпоксидных смол, содержащих алифатические или ароматические амины.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2062 Реактивы. Кислота бромистоводородная. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 5815 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 10164 Реактивы. Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 10259 Реактивы. Ацетилацетон. Технические условия

ГОСТ 20289 Реактивы. Диметилформамид. Технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 24888 Пластмассы, полимеры и синтетические смолы. Химические наименования, термины и определения

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено

Издание официальное

изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 24888.

4 Сущность метода

4.1 Алифатические амины

4.1.1 Общее содержание азота в алифатических аминогруппах X_{LT} определяют потенциометрическим титрованием раствором бромистоводородной или хлорной кислоты в ледяной уксусной кислоте в соответствии со следующими реакциями:

$$RNH_2 + H^+ \rightarrow RNH_3^+;$$
$$(RR')NH + H^+ \rightarrow (RR')NH_2^+;$$
$$(RR'R'')N + H^+ \rightarrow (RR'R'')NH^+.$$

Примечание — При испытании некоторых аминных отвердителей, например N-аминоэтилпиперазина, хлорную кислоту не используют. Информация о возможном применении хлорной кислоты должна быть приведена в нормативном документе или технической документации на конкретный отвердитель.

4.1.2 Определение содержания азота в третичных аминогруппах X_{L3} проводят после перевода первичных и вторичных аминогрупп в амидные группы при помощи уксусного ангидрида в соответствии со следующими реакциями:

$$RNH_2 + (CH_3CO)_2O \rightarrow RNHCOCH_3 + CH_3COOH;$$
$$(RR')NH + (CH_3CO)_2O \rightarrow (RR')NCOCH_3 + CH_3COOH.$$

Содержание азота в третичных аминогруппах определяют потенциометрическим титрованием бромистоводородной или хлорной кислотой в ледяной уксусной кислоте или в уксусном ангидриде в соответствии со следующей реакцией:

$$(RR'R'')N + H+ \rightarrow (RR'R'')NH^+.$$

4.1.3 Определение содержания азота в первичных аминогруппах X_{L1} проводят при помощи реакции избытка ацетилацетона в N,N-диметилформамиде с образованием иминов по следующей реакции:

$$RNH_2 + CH_3COCH_2COCH_3 \rightarrow CH_3CNRCH_2COCH_3 + H_2O.$$

Затем определяют избыток ацетилацетона потенциометрическим титрованием гидроксидом калия (продукт реакции ацетилацетона с первичным амином в таких условиях нейтрален).

4.1.4 Содержание азота во вторичных аминогруппах X_{L2} определяют как разницу общего содержания азота в аминогруппах и содержания азота в первичных и третичных аминогруппах.

4.2 Ароматические амины

4.2.1 Общее содержание азота в ароматических аминогруппах X_{RT} определяют потенциометрическим титрованием бромистоводородной или хлорной кислотой в ледяной уксусной кислоте в соответствии со следующими реакциями:

$$ArNH_2 + H^+ \rightarrow ArNH_3^+;$$
$$(ArAr')\ NH + H^+ \rightarrow (ArAr')NH_2^+;$$
$$(ArAr'Ar'')N + H^+ \rightarrow (ArAr'Ar'')NH^+.$$

4.2.2 Определение содержания азота в третичных аминогруппах X_{R3} проводят после перевода первичных и вторичных аминогрупп в амидные группы при помощи уксусного ангидрида в соответствии со следующими реакциями:

$$ArNH_2 + (CH_3CO)_2O \rightarrow ArNHCOCH_3 + CH_3COOH;$$
$$(ArAr')NH + (CH_3CO)_2O \rightarrow (ArAr')NCOCH_3 + CH_3COOH.$$

Содержание азота в третичных аминогруппах определяют потенциометрическим титрованием бромистоводородной или хлорной кислотой в ледяной уксусной кислоте или в уксусном ангидриде в соответствии со следующей реакцией:

$$(ArAr'Ar'')N + H^+ \rightarrow (ArAr/Ar'')NH^+.$$

4.2.3 Определение содержания азота во вторичных и третичных аминогруппах X_{R2+R3} проводят после перевода первичных аминогрупп в Шиффовы основания (азометины) при помощи салицилового альдегида в ледяной уксусной кислоте в соответствии со следующей реакцией:

$$ArNH_2 + C_6H_4(OH)CHO \rightarrow ArN=CHC_6H_4(OH) + H_2O.$$

У сильноосновных аминов содержание азота во вторичных и третичных аминогруппах определяют потенциометрическим титрованием соляной кислотой в ледяной уксусной кислоте по следующим реакциям:

$$(ArAr')NH + H^+ \rightarrow (ArAr')NH_2^+;$$

$$(ArAr'Ar'')N + H^+ \rightarrow (ArAr'Ar'')NH^+.$$

Слабоосновные амины, например 4,4'-диаминодифенилсульфон, титруют бромистоводородной или хлорной кислотой в ледяной уксусной кислоте.

4.2.4 Содержание азота в первичных аминогруппах X_{R1} определяют как разницу общего содержания азота в аминогруппах и содержания азота во вторичных и третичных аминогруппах.

4.2.5 Содержание азота во вторичных аминогруппах X_{R2} определяют как разницу суммарного содержания азота во вторичных и третичных аминогруппах и содержания азота в третичных аминогруппах.

5 Реактивы и аппаратура

5.1 Реактивы

5.1.1 Кислота уксусная по *ГОСТ 61, х. ч. ледяная.*

5.1.2 Ангидрид уксусный по *ГОСТ 5815, ч. д. а.*

5.1.3 Ацетилацетон по *ГОСТ 10259, ч. д. а.*

5.1.4 Диметилформамид *по ГОСТ 20289, х. ч.*

5.1.5 Раствор ацетилацетона в диметилформамиде молярной концентрацией 1,5 моль/дм^3. Раствор готовят следующим образом: растворяют 15 см^3 ацетилацетона (5.1.3) в 90 см^3 диметилформамида (5.1.4).

5.1.6 Альдегид салициловый.

5.1.7 Этиленгликоль по *ГОСТ 10164, ч. д. а.*

5.1.8 Спирт изопропиловый (пропан-2-ол).

5.1.9 Смесь растворителей готовят следующим образом: смешивают 0,5 дм^3 изопропилового спирта и 0,5 дм^3 этиленгликоля.

5.1.10 Калия гидрофталат.

5.1.11 Кислота бромистоводородная по *ГОСТ 2062*, ч. д. а, раствор в уксусной кислоте концентрацией 250 г/дм^3.

5.1.12 Кислота хлорная, 60%-ный или 70%-ный раствор в воде.

5.1.13 Калия гидроокись по *ГОСТ 24363.*

5.1.14 Кислота соляная по *ГОСТ 3118, ч. д. а.*

5.1.15 Натрий углекислый по *ГОСТ 83, ч. д. а.*

5.1.16 Раствор бромистоводородной кислоты в ледяной уксусной кислоте молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

5.1.16.1 Приготовление раствора

В мерную колбу из затемненного стекла (5.2.9) вместимостью 1000 см^3, содержащую 100 см^3 ледяной уксусной кислоты, медленно добавляют 25 см^3 бромистоводородной кислоты (5.1.11) и аккуратно перемешивают. Раствор доводят до метки ледяной уксусной кислотой.

5.1.16.2 Определение точной молярной концентрации раствора

Взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг 0,1-0,2 г гидрофталата калия (5.1.10) и растворяют в 50 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1).

Проводят потенциометрическое титрование раствора раствором бромистоводородной кислоты V_1, приготовленным в соответствии с 5.1.16.1.

Проводят холостое титрование 50 см^3 ледяной уксусной кислоты раствором бромистоводородной кислоты V_2, приготовленным в соответствии с 5.1.16.1.

Молярную концентрацию раствора бромистоводородной кислоты c_1, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{1000 \cdot m_0}{204{,}23 \cdot (V_1 - V_2)}, \quad (1)$$

где m_0 — масса использованного гидрофталата калия, г;

V_1 — объем раствора бромистоводородной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

V_2 — объем раствора бромистоводородной кислоты, израсходованный на холостое титрование, см^3.

5.1.17 Кислота хлорная, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

5.1.17.1 Приготовление раствора

Смешивают 8,5 см^3 70 %-ной хлорной кислоты (или 9,9 см^3 60 %-ной хлорной кислоты) (5.1.12) с 500 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1) в мерной колбе из затемненного стекла вместимостью 1000 см^3 (5.2.9). Добавляют 30 см^3 (или 35 см^3 при использовании 60% хлорной кислоты) уксусного ангидрида (5.1.2) и тщательно перемешивают. Раствор доводят до метки ледяной уксусной кислотой.

5.1.17.2 Определение точной молярной концентрации раствора

Взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг 0,1-0,2 г гидрофталата калия (5.1.10) и растворяют в 50 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1).

Проводят потенциометрическое титрование полученного раствора раствором хлорной кислоты V_1, приготовленным в соответствии с 5.1.17.1.

Проводят холостое титрование 50 см^3 ледяной уксусной кислоты раствором хлорной кислоты V_2, приготовленным в соответствии с 5.1.17.1.

Молярную концентрацию раствора хлорной кислоты c_1, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{1000 \cdot m_0}{204{,}23 \cdot (V_1 - V_2)}, \quad (2)$$

где m_0 — масса использованного гидрофталата калия, г;

V_1 — объем раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

V_2 — объем раствора хлорной кислоты, израсходованный на холостое титрование, см^3.

5.1.18 Раствор калия гидроокиси в изопропиловом спирте молярной концентрации 0,5 моль/дм^3.

5.1.18.1 Приготовление раствора

В круглодонную колбу наливают 1000 см^3 изопропилового спирта (5.1.8) и добавляют 30 г гидроокиси калия (5.1.13). Смесь перемешивают несколько часов до полного растворения. Раствор оставляют на несколько дней без доступа углекислого газа, затем прозрачную верхнюю часть раствора переносят в полиэтиленовую бутыль и хранят его в бутыли с сапуном, заполненным натронной известью. *Отсутствие контакта приготовленного раствора с углекислым газом из атмосферы достигают различными способами, например заполнением колбы раствором до пробки или заполнением колбы инертным газом тяжелее воздуха.* Необходимо следить за тем, чтобы раствор не попал на корковую или резиновую пробки либо смазку для пробок, так как он может привести к их омылению.

5.1.18.2 Определение точной концентрации раствора

Взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг от 0,5 до 1,0 г гидрофталата калия (5.1.10) и растворяют его в 100 см^3 воды. Проводят потенциометрическое титрование полученного раствора раствором гидроокиси калия, приготовленным в соответствии 5.1.18.1. Отдельно проводят холостое титрование.

Молярную концентрацию раствора гидроокиси калия c_2, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_2 = \frac{1000 \cdot m_1}{204{,}23 \cdot (V_3 - V_4)}, \quad (3)$$

где m_1 — масса использованного гидрофталата калия, г;

V_3 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см^3;

V_4 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на холостое титрование, см^3.

5.1.19 Раствор соляной кислоты в смеси растворителей молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

5.1.19.1 Приготовление раствора

1000 см^3 смеси этиленгликоля и изопропилового спирта (5.1.9) добавляют к 9 см^3 концентрированной соляной кислоты (5.1.14).

5.1.19.2 Приготовление раствора

Взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг от 0,13 до 0,16 г углекислого натрия (5.1.15) и растворяют в 100 см^3 воды. Проводят потенциометрическое титрование раствором соляной кислоты, приготовленным в соответствии с 5.1.19.1. Отдельно проводят холостое титрование.

Молярную концентрацию раствора соляной кислоты c_3, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c_3 = \frac{1000 \cdot m_2}{52{,}99 \cdot (V_5 - V_6)}, \quad (4)$$

где m_2 — масса использованного натрия углекислого, г;

V_5 — объем раствора соляной кислоты (3.19.1), израсходованный на титрование, см^3;

V_6 — объем раствора соляной кислоты (3.19.1), израсходованный на холостое титрование, см^3.

5.2 Аппаратура

5.2.1 Весы с погрешностью взвешивания не более 0,1 мг.

5.2.2 Стакан лабораторный вместимостью 100 см^3.

5.2.3 Цилиндр стеклянный мерный вместимостью 50 см^3.

5.2.4 Колба коническая вместимостью 25 см^3 *по ГОСТ 25336* с притертой пробкой.

5.2.5 Пипетка вместимостью 5 см^3 *по ГОСТ 29169*.

5.2.6 Пипетка градуированная вместимостью 1 см^3 *по ГОСТ 29227*.

5.2.7 Баня водяная, способная поддерживать температуру 40°С.

5.2.8 Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 28498.

5.2.9 Колба мерная с одной отметкой из затемненного стекла вместимостью 1000 см^3 *по ГОСТ 1770.*

5.2.10 Прибор для потенциометрического титрования со стеклянно-каломельным электродом.

6 Проведение испытаний

6.1 Определение содержания азота в алифатических аминогруппах

6.1.1 Определение общего содержания азота в алифатических аминогруппах X_{LT}

Взвешивают в лабораторном стакане (5.2.2) с погрешностью не более 0,1 мг образец аминного отвердителя, содержащий 0,001 моль аминогрупп m_T, и растворяют его в 50 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1). Проводят потенциометрическое титрование раствора раствором бромистоводородной кислоты в ледяной уксусной кислоте молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (5.1.16) или хлорной кислоты (5.1.17). Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают как V_1.

При испытании *N*-аминоэтилпиперазина рекомендуется использовать бромистоводородную кислоту, так как реакция с хлорной кислотой протекает медленно, что затрудняет определение конечной точки.

Отдельно проводят холостое титрование 50 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1) без добавления образца. Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают как V_2.

6.1.2 Определение содержания азота в третичных аминогруппах X_3

Взвешивают в лабораторном стакане (5.2.2) с погрешностью не более 0,1 мг образец аминного отвердителя, содержащий 0,001 моль аминогрупп m_3, и растворяют его в 50 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1). Добавляют 10 см^3 уксусного ангидрида (5.1.2) и тщательно перемешивают. Оставляют раствор на 30 мин при комнатной температуре. Добавляют 40 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1) и проводят потенциометрическое титрование раствором бромистоводородной кислоты в ледяной уксусной кислоте молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (5.1.16) или хлорной кислоты (5.1.17). Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают как V_1.

Отдельно проводят холостое титрование 50 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1) без добавления образца. Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают как V_2.

6.1.3 Определение содержания азота в первичных аминогруппах X_{L1}

Взвешивают в конической колбе вместимостью 25 см^3 с притертой пробкой (5.2.4) с погрешностью не более 0,1 мг образец аминного отвердителя, содержащий 0,002 моль аминогрупп m_1, и растворяют его в 50 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1).

Пипеткой (5.2.5) добавляют 5 см^3 раствора ацетилацетона в диметилформамиде молярной концентрации 1,5 моль/дм^3 (5.1.5), колбу плотно закрывают притертой пробкой и тщательно перемешивают. Полученный раствор выдерживают при температуре 40 °С в водяной бане в течение 30 мин.

После охлаждения до комнатной температуры содержимое колбы количественно переносят в стакан вместимостью 100 см^3 (4.2), промывая колбу 50 см^3 диметилформамида (5.1.4).

Проводят потенциометрическое титрование полученного раствора раствором гидроокиси калия (5.1.18). Объем кислоты, использованный на титрование, обозначают как V_3.

Отдельно проводят холостое титрование. Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают как V_4.

Примечание — Масса образца аминного отвердителя, содержащая его определенное количество аминогрупп, должна быть указана в нормативном документе или технической документации на продукцию.

6.1.4 Определение содержания азота во вторичных аминогруппах X_{L2}

Содержание азота во вторичных аминогруппах X_{L2} определяют как разницу общего содержания азота в аминогруппах и содержания азота в первичных и третичных аминогруппах.

6.2 Ароматические амины

6.2.1 Определение общего содержания азота в аминогруппах X_T

Общее содержание азота в аминогруппах в ароматических аминах определяют аналогично определению в алифатических аминах (см. 6.1.1).

6.2.2 Определение содержания азота в третичных аминогруппах X_{R3}

Содержание азота в третичных аминогруппах в ароматических аминах определяют аналогично определению в алифатических аминах (см. 6.1.2).

6.2.3 Определение содержания азота во вторичных и третичных аминогруппах X_{R2+R3}

6.2.3.1 В случае сильноосновных аминов взвешивают в лабораторном стакане (5.2.2) с погрешностью не более 0,1 мг образец аминного отвердителя, содержащий 0,001 моль аминогрупп m_{2+3}, и растворяют в 10 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1).

Добавляют 1 см^3 салицилового альдегида (5.1.6) и тщательно перемешивают. Оставляют раствор на 30 мин при комнатной температуре.

Добавляют 50 см^3 смеси растворителей (5.1.9). Проводят потенциометрическое титрование полученного раствора раствором соляной кислоты (5.1.19). Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают как V_5.

Отдельно проводят холостое титрование. Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают как V_6.

6.2.3.2 В случае слабоосновных аминов, например 4,4'-диаминодифенилсульфона, взвешивают в лабораторном стакане (5.2.2) с погрешностью не более 0,1 мг образец аминного отвердителя, содержащий 0,001 моль аминогрупп m_{2+3}, и растворяют в 10 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1).

Добавляют 40 см^3 ледяной уксусной кислоты (5.1.1) и проводят потенциометрическое титрование раствором бромистоводородной (5.1.16) или хлорной кислоты (5.1.17). Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают как V_1.

Отдельно проводят холостое титрование. Объем кислоты, использованный для титрования, обозначают V_2.

6.2.4 Определение содержания азота в первичных аминогруппах X_{R1}

Содержание азота в первичных аминогруппах X_{R1} определяют как разницу общего содержания азота в аминогруппах и содержания азота во вторичных и третичных аминогруппах.

6.2.5 Определение общего содержания азота во вторичных аминогруппах X_{R2}

Содержание азота во вторичных аминогруппах X_{R2} определяют как разницу суммарного содержания азота во вторичных и третичных аминогруппах и содержания азота в третичных аминогруппах.

7 Обработка результатов

7.1 Общее содержание азота в аминогруппах X_T, %, вычисляют по формуле

$$X_T = \frac{0{,}014 \cdot c_1 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 100}{m_T}, \quad (5)$$

где c_1 — молярная концентрация бромистоводородной или хлорной кислоты, моль/дм^3;

V_1 — объем бромистоводородной или хлорной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

V_2 — объем бромистоводородной или хлорной кислоты, израсходованный на холостое титрование, см^3;

m_T — масса образца, г.

7.2 Содержание азота в третичных аминогруппах X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{0{,}014 \cdot c_1 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 100}{m_3}, \quad (6)$$

где c_1 — молярная концентрация бромистоводородной или хлорной кислоты, моль/дм^3;
V_1 — объем бромистоводородной или хлорной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;
V_2 — объем бромистоводородной или хлорной кислоты, израсходованный на холостое титрование, см^3;
m_3 — масса образца, г.

7.3 Содержание азота в первичных аминогруппах X_{L1}, %, вычисляют по формуле

$$X_{L1} = \frac{0{,}014 \cdot c_2 \cdot (V_3 - V_4) \cdot 100}{m_1}, \quad (7)$$

где c_2 — молярная концентрация бромистоводородной или хлорной кислоты, моль/дм^3;
V_3 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см^3;
V_4 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на холостое титрование, см^3;
m_1 — масса образца, г.

7.4 Содержание азота во вторичных аминогруппах X_{L2}, %, вычисляют по формуле

$$X_{L2} = X_T - (X_{L1} + X_{L3}), \quad (8)$$

где X_T — общее содержание азота в аминогруппах, %;
X_{L1} — содержание азота в первичных аминогруппах, %;
X_{L3} — содержание азота в третичных аминогруппах, %.

7.5 Суммарное содержание азота во вторичных и третичных аминогруппах в ароматических аминах X_{R2+3}, %, вычисляют по следующим формулам:

$$X_{R2+3} = \frac{0{,}014 \cdot c_3 \cdot (V_5 - V_6) \cdot 100}{m_{2+3}}, \quad (9)$$

или

$$X_{R2+3} = \frac{0{,}014 \cdot c_1 \cdot (V_5 - V_6) \cdot 100}{m_{2+3}}, \quad (10)$$

где c_3 — молярная концентрация раствора соляной кислоты (5.1.19), моль/дм^3;
V_5 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;
V_6 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на холостое титрование, см^3;
m_{2+3} — масса образца, г;
c_1 — молярная концентрация бромистоводородной (5.1.16) или хлорной кислоты (5.1.17), моль/дм^3;
V_5 — объем раствора бромистоводородной (5.1.16) или хлорной кислоты (5.1.17), израсходованный на титрование, см^3;
V_6 — объем раствора бромистоводородной (5.1.16) или хлорной кислоты (5.1.17), израсходованный на холостое титрование, см^3.

7.6 Содержание азота в первичных аминогруппах в ароматических аминах X_{R1}, % масс. (см. 6.2.4), вычисляют по формуле

$$X_{R1} = X_{RT} - X_{R2+3}, \quad (11)$$

где X_{RT} — общее содержание азота в аминогруппах, г;
X_{R2+3} — содержание азота во вторичных и третичных аминогрупах, г.

7.7 Содержание азота во вторичных аминогруппах ароматических аминов X_{R2}, % масс. (см. 6.2.5), вычисляют по формуле

$$X_{R2} = X_{R2+R3} - X_{R3}, \quad (12)$$

где X_{R2+R3} — общее содержание вторичного и третичного аминного азота в аминном отвердителе, г;
X_{R3} — содержание азота в третичной аминогруппе в аминном отвердителе, г.

7.8 За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение результатов двух испытаний.

Допускаемые расхождения между результатами испытаний и допускаемую суммарную погрешность измерений указывают в нормативном документе или технической документации на продукцию.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) всю необходимую информацию для идентификации испытуемых образцов (тип, поставщик, артикульный номер изготовителя, форма поставки и т. п.);

c) условия проведения испытаний;

d) результаты отдельных испытаний и их среднеарифметические значения;

e) дату проведения испытаний;

f) примечания по проведению испытаний;

g) подробную информацию о любых операциях, не указанных в настоящем стандарте, и любых инцидентах, способных повлиять на результаты.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта

ДА.1 8 Прецизионность

8.1 Данные о прецизионности метода получены в ходе межлабораторных испытаний, проведенных в Японии в 1994 г., представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица ДА.1 — Данные о прецизионности метода при определении азота в алифатических аминах

% масс.

Тип аминного азота	Среднее значение	Повторяемость		Воспроизводимость	
	m	s_r	r	s_R	R
Содержание азота в первичных аминогруппах	8,49	0,59	1,64	1,37	3,83
Содержание азота во вторичных аминогруппах	6,90	0,49	1,38	1,46	4,08
Содержание азота в третичных аминогруппах	10,23	0,12	0,34	0,54	1,51

Примечание — В таблице приведены следующие обозначения:
m — среднее значение результатов всех лабораторий;
s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение;
r — предел повторяемости;
R — предел воспроизводимости.

Таблица ДА. 2 — Данные о прецизионности метода при определении азота в ароматических аминах

% масс.

Тип аминного азота	Среднее значение	Повторяемость		Воспроизводимость	
	m	s_r	r	s_R	R
Содержание азота в первичных аминогруппах	3,38	0,34	0,94	0,74	2,08
Содержание азота во вторичных аминогруппах	4,27	0,32	0,89	0,75	2,11
Содержание азота в третичных аминогруппах	4,44	0,04	0,10	0,14	0,39

Примечание — В таблице приведены следующие обозначения:
m — среднее значение результатов всех лабораторий;
s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение;
r — предел повторяемости;
R — предел воспроизводимости.

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного международного стандарта

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта	Структура международного стандарта ИСО 9702:1996
1 Область применения (раздел 1)	1 Область применения
2 Нормативные ссылки *	2 Сущность метода
3 Термины и определения*	—
4 Сущность метода (раздел 2)	3 Реактивы
5 Реактивы и оборудование (раздел 3 и 4)	4 Аппаратура
6 Проведение испытаний (раздел 5)	5 Проведение испытаний
7 Обработка результатов (раздел 6)	6 Обработка результатов
8 Протокол испытаний (раздел 8)	7 Прецизионность**
Приложение ДА Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта	8 Протокол испытаний
Приложение ДБ Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного международного стандарта	—

* Данный раздел добавлен для учета особенностей национальной стандартизации.
** Данный раздел исключен, так как носит справочный характер.

Примечание — После заголовков разделов (подразделов) настоящего стандарта приведены в скобках номера аналогичных им разделов (подразделов) международного стандарта.

УДК 678.5:006.354 ОКС 83.080

Ключевые слова: пластмассы, отвердители эпоксидных смол, содержание азота аминогрупп; первичные аминогруппы, вторичные аминогруппы, третичные аминогруппы

БЗ 8—2017/116

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 02.08.2017. Подписано в печать 15.08.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 24 экз. Зак. 1417.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru