ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57572— 2017 (ИСО 7327:1994)

ОТВЕРДИТЕЛИ И УСКОРИТЕЛИ ОТВЕРЖДЕНИЯ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Определение содержания свободной кислоты в ангидриде кислоты

(ISO 7327:1994,
Plastics — Hardeners and accelerators for epoxide resins — Determination of free acid in acid anhydride,
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 «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

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. № 784-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 7327:1994 «Пластмассы. Отвердители и ускорители отверждения эпоксидных смол. Определение свободной кислоты в кислотном ангидриде)» (ISO 7327:1994 «Plastics. Hardeners and accelerators for epoxide resins. Determination of free acid in acid anhydride», MOD). При этом дополнительные ссылки, слова, фразы, показатели, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации, выделены курсивом.

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

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном стандарте, приведены 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 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы и аппаратура 2
6 Подготовка к проведению испытаний 2
7 Проведение испытаний 3
8 Обработка результатов 3
9 Протокол испытаний 4
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта 5
Приложение ДБ (справочное) Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном стандарте 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ОТВЕРДИТЕЛИ И УСКОРИТЕЛИ ОТВЕРЖДЕНИЯ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Определение содержания свободной кислоты в ангидриде кислоты

Hardeners and accelerators for epoxide resins. Determination of free acid content in acid anhydride

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания свободной кислоты в кислотных отвердителях и ускорителях отверждения эпоксидных смол.

Настоящий стандарт применим к большинству отвердителей и ускорителей отверждения на основе ангидридов, за исключением полиэфирных и олигомерных ангидридов, испытание которых дает большой разброс результатов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14870 Продукты химические. Методы определения воды

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 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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 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

Содержание свободной кислоты определяют спектрометром на основе оптической плотности окрашенного раствора при длине волны приблизительно 510 нм. Для окрашивания раствора используют родамин 6Ж, вступающий в реакцию со свободной кислотой, содержащейся в образце, окрашивая испытуемый раствор в розовый цвет.

Издание официальное

5 Реактивы и аппаратура

5.1 Реактивы

5.1.1 Метилэтилкетон (бутан-2-он), содержащий не более 0,002 % воды.

Помещают в емкость, содержащую 1 дм^3 метилэтилкетона, 100 г молекулярного сита с размером ячейки 4 А. Оставляют емкость в покое в течение 24 ч, затем осторожно декантируют метилэтилкетон таким образом, чтобы в нем не было частиц молекулярного сита. Определяют содержание воды в высушенном метилэтилкетоне методом Фишера по *ГОСТ 14870*. Метилэтилкетон, содержащий более 0,002 % воды, не пригоден для испытания.

5.1.2 Толуол, содержащий не более 0,002 % воды.

Помещают в емкость, содержащую 1 дм^3 толуола 100 г молекулярного сита с размером ячейки 4 А. Оставляют емкость в покое в течение 24 ч, затем осторожно декантируют толуол таким образом, чтобы в нем не было частиц молекулярного сита.

Определяют содержание воды в высушенном толуоле методом Фишера по *ГОСТ 14870*. Толуол, содержащий более 0,002% воды, не пригоден для испытания.

5.1.3 Раствор родамина 6Ж.

5.1.3.1 Приготовление раствора

Диспергируют 20 мг родамина 6Ж в 10 см^3 буферного раствора (0,1 г фосфата натрия Na_3PO_4, растворенного в 10 см^3 воды). Переливают полученную дисперсию в делительную воронку вместимостью 500 см^3 и добавляют 200 см^3 толуола (5.1.2).

Слегка встряхивают до тех пор, пока слой толуола не станет желтовато-коричневым. Оставляют на 1 ч и затем отфильтровывают органическую фазу через бумажный фильтр в склянку из затемненного стекла. Добавляют в фильтрат несколько кусочков металлического натрия (крупинки, тонко нарезанные скальпелем) и оставляют на 12 ч.

Прежде чем использовать раствор, проверяют, что содержание воды менее 0,002 % и значение оптической плотности при контрольном опыте находится в пределах 0,30—0,50.

5.1.3.2 Определение оптической плотности раствора сравнения

2 см^3 раствора родамина 6Ж переносят пипеткой (5.2.5) в мерную колбу вместимостью 10 см^3, доводят до метки смесью растворителей, состоящей из 95 частей по объему толуола (5.1.2) и 5 частей метилэтилкетона (5.1.1). Определяют оптическую плотность раствора в соответствии с 7.2.

5.1.4 Контрольный образец свободной кислоты.

Кипятят 10 г ангидрида кислоты с 60 см^3 воды в течение 3 ч и затем охлаждают. Фильтруют, осадок промывают водой, затем сушат его.

5.1.5 *Используют только реактивы с квалификацией не ниже ч. д. а. и дистиллированную воду по ГОСТ 6709.*

5.2 Аппаратура

5.2.1 Весы с погрешностью взвешивания ± 0,1 мг.

5.2.2 Спектрометр с кюветой длиной оптического пути 10 мм.

5.2.3 Коническая колба вместимостью 50 см^3 *по ГОСТ 25336* с притертой пробкой.

5.2.4 Колбы мерные с одной меткой вместимостью 10, 50 и 100 см^3 *по ГОСТ 25336* с притертой стеклянной пробкой.

5.2.5 Пипетки вместимостью 1; 1,5; 2; 2,5 и 10 см^3 *по ГОСТ 29169.*

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Приготовление испытуемого раствора

0,2 г образца взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг, помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 30 см^3 смеси растворителей, состоящей из 95 частей по объему высушенного толуола (5.1.2) и 5 частей по объему высушенного метилэтилкетона (5.1.1), и растворяют при комнатной температуре. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки смесью растворителей.

Примечание — Концентрация приготовленного таким образом испытуемого раствора составляет приблизительно от 10^{-4} до 10^{-5} молей свободной кислоты на кубический дециметр.

6.2 Градуировка

6.2.1 Помещают 20 мг контрольного образца свободной кислоты (5.1.4) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют 50 см^3 высушенного метилэтилкетона (5.1.1). Перемешивают раствор, чтобы растворить содержащуюся в контрольном образце свободную кислоту при комнатной температуре. Затем доводят до метки толуолом (5.1.2). Переносят пипеткой 10 см^3 полученного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки толуолом (5.1.2).

Примечание — Концентрация полученного раствора составляет 20 мг/дм^3.

6.2.2 Отбирают пипеткой 1; 1,5; 2 и 2,5 см^3 раствора контрольного образца (6.2.1). Каждый из полученных растворов должен прореагировать с родамином 6Ж таким образом, как указано в 7.1. Измеряют оптическую плотность каждого из полученных градуировочных растворов в соответствии с 7.2. Вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта, определенное по 5.1.3.2, из значения оптической плотности, полученного для каждого градуировочного раствора. Отмечают на системе координат точки, соответствующие скорректированным значениям оптической плотности (по вертикальной оси) и массе свободной кислоты, мг, в 10 дм^3 соответствующего градуировочного раствора (по горизонтальной оси). Затем строят градуировочный график, проходящий через отмеченные точки и начало координат.

Примечание — Концентрация полученных растворов составляет 2; 3; 4; 5 мг/дм^3 соответственно.

7 Проведение испытаний

7.1 Получение поглощающего соединения

7.1.1 2 см^3 раствора родамина 6Ж (5.1.3) пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 10 см^3 и добавляют от 1 до 5 см^3 испытуемого раствора (6.1). Родамин 6Ж и свободная кислота вступают в реакцию и окрашивают раствор в розовый цвет. Доводят полученный раствор до метки смесью растворителей из толуола (5.1.2) и метилэтилкетона (5.1.1) в соответствии с 6.1.

7.1.2 Объем испытуемого раствора выбирают таким образом, чтобы добиться розового окрашивания. Интенсивность окраски раствора не должна превышать интенсивность окраски наиболее окрашенного градуировочного раствора.

7.2 Спектрофотометрическое определение

7.2.1 Измеряют оптическую плотность приготовленного раствора (7.1) при длине волны (510 ± 10) нм с помощью спектрометра (5.2.2) и кюветы длиной оптического пути 10 мм. Спектрометр предварительно устанавливают на нуль, поместив в кювету толуол (5.1.2). Так как оптическая плотность испытуемого раствора с течением времени изменяется, то измерения проводят не позднее чем через 5 мин после получения поглощающего соединения.

7.2.2 Вычитают оптическую плотность раствора сравнения, определенную по 5.1.3.2 и градуировочному графику, построенному в соответствии с 6.2, определяют массу свободной кислоты, содержащейся в 10 см^3 раствора, приготовленного в соответствии с 7.1.1.

8 Обработка результатов

Содержание свободной кислоты в ангидриде X, % масс., вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot r_D \cdot 10^{-1}}{m_0}, \quad (1)$$

где m_1 — масса свободной кислоты, содержащаяся в 10 см^3 испытуемого раствора, мкг;

r_D — коэффициент разбавления;

m_0 — масса образца (см. 6.1), мг.

Коэффициент разбавления r_D рассчитывают по формуле

$$r_D = \frac{50}{V}, \quad (2)$$

где V — используемый объем испытуемого раствора (см. 7.1.1).

За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Допускаемое расхождение между результатами испытаний и допускаемую суммарную погрешность измерения указывают в нормативном документе или технической документации на продукцию.

9 Протокол испытаний

9.1 Протокол испытаний должен включать:

- ссылку на настоящий стандарт;

- идентификационную информацию об образце;
- содержание воды в используемых растворителях;
- результат испытаний с указанием единиц измерения.

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта	Структура международного стандарта ИСО 7327 – 1994
1 Область применения (раздел 1)	1 Область применения
2 Нормативные ссылки (раздел 2)	2 Ссылочные документы
3 Термины и определения*	—
4 Сущность метода (раздел 3)	3 Сущность метода
5 Реактивы и оборудование (разделы 4 и 5)	4 Реактивы 5 Аппаратура
6 Подготовка к проведению испытаний (6.1) 7 Проведение испытаний (6.2—6.3)	6 Проведение испытаний
8 Обработка результатов (раздел 7)	7 Обработка результатов
9 Протокол испытаний (раздел 8)	8 Протокол испытаний
Приложение ДА Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта	—
Приложение ДБ Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном стандарте	—
* Данный раздел добавлен для учета особенностей национальной стандартизации. Примечание — После заголовков разделов (подразделов) настоящего стандарта приведены в скобках номера аналогичных им разделов (подразделов) международного стандарта.	

Приложение ДБ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного межгосударственного стандарта международному стандарту, использованному в качестве ссылочного в примененном международном стандарте

Таблица ДБ.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 14870—77	NEQ	ИСО 760:1978 «Определение воды. Метод Карла Фишера (общий метод)»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентный стандарт.		

УДК 678.5:006.354 ОКС 83.080

Ключевые слова: отвердители, ускорители отверждения, эпоксидные смолы; содержание свободной кислоты; ангидрид кислоты, кислотный ангидрид

БЗ 8—2017/117

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
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. 1,40. Уч.-изд. л 1,26 Тираж 24 экз. Зак. 1451
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru