ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57729— 2017 (ИСО 21048:2014)

ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ

Определение содержания 1,2-гликолей

(ISO 21048:2014, Plastics — Epoxy resins — Determination of 1,2-glycol 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 «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы, методы их испытаний»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 сентября 2017 г. № 1266-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 21048:2014 «Пластмассы. Эпоксидные смолы. Определение содержания 1,2-гликоля» (ISO 21048:2014 «Plastics — Epoxy resins — Determination of 1,2-glycol content», MOD). При этом дополнительные слова, фразы, показатели, ссылки, 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 соответствии с ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного 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 2
6 Проведение испытаний 3
7 Обработка результатов 4
8 Прецизионность 4
9 Протокол испытаний 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 6
Приложение ДБ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ

Определение содержания 1,2-гликолей

Epoxide resins. Determination of 1,2-glycols content

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания 1,2-гликолей в эпоксидных смолах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ Р ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **1,2-гликоль** (1,2-glycol): 1,2-диольная группа [-CH(OH)CH_2OH] в эпоксидных смолах.

Примечания

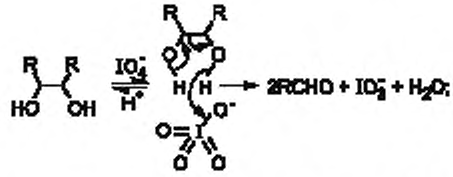
1 1,2-гликоли химически эквивалентны двум ОН группам.

2 Другие наименования 1,2-гликолей: вицинальные гидроксильные группы; 1,2-дигидроксильная группа, α-гликольная группа.

3 Содержание 1,2-гликолей, как правило, выражают в молях на килограмм смолы.

4 Сущность метода

Содержание 1,2-гликолей свободной кислоты определяют при помощи следующих реакций



(1)

$$HIO_4 + 4H_2SO_4 + 7KI \rightarrow 3K_2SO_4 + KHSO_4 + 4H_2O + 4I_2; \quad (2)$$

$$HIO_3 + 3H_2SO_4 + 5KI \rightarrow 2K_2SO_4 + KHSO_4 + 3H_2O + 3I_2;$$

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6. \quad (3)$$

1,2-гликоли окисляют до альдегида избытком йодной кислоты [формула (1)], затем к реакционной смеси добавляют йодид калия и серную кислоту [формула (2)]. Образовавшийся йод титруют раствором тиосульфата натрия [формула (3)]. Содержание 1,2-гликолей вычисляют по расходу тиосульфата натрия.

5 Реактивы и аппаратура

5.1 Реактивы

5.1.1 Хлороформ *очищенный по ГОСТ 20015.*

Предупреждение — Хлороформ токсичен. Следует избегать вдыхания его паров, попадания на кожные покровы и в глаза. Все работы должны проводиться в вытяжном шкафу или в хорошо проветриваемом месте.

5.1.2 Метанол *по ГОСТ 6995, ч. д. а.*

Предупреждение — Метанол токсичен. Следует избегать вдыхания его паров, попадания на кожные покровы и в глаза. Все работы должны проводиться в вытяжном шкафу или хорошо проветриваемом месте.

5.1.3 Гидроксид бензилтриметиламмония, раствор в метаноле объемной концентрацией 40 %.

5.1.4 Кислота уксусная *ледяная по ГОСТ 61.*

5.1.5 Кислота йодная.

5.1.6 Раствор йодной кислоты, 0,2 М: навеску йодной кислоты массой от 2,70 до 2,75 г переносят в стакан вместимостью 500 $см^3$ (5.2.7) и при перемешивании магнитной мешалкой (5.2.2) растворяют в 450 $см^3$ метанола (5.1.2). В полученный раствор погружают электрод (5.2.3). Медленно при перемешивании добавляют раствор гидроксида бензилтриметиламмония (5.1.3) до достижения pH = 7,0. Мерным цилиндром (5.2.8) добавляют 15 $см^3$ уксусной кислоты (5.1.4) и 5 $см^3$ воды. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят до метки метанолом.

5.1.7 Кислота серная, раствор массовой концентрации 10 %; готовят следующим образом: *пипеткой по каплям добавляют 5,5 $см^3$* серной кислоты к 90 $см^3$ воды при перемешивании.

5.1.8 Калий йодистый *по ГОСТ 4232*, раствор массовой концентрации 20 %; готовят следующим образом: 20 г йодистого калия растворяют в 80 г воды.

5.1.9 Натрий углекислый безводный *по ГОСТ 83*, ч. д. а.

5.1.10 Калия йодат.

5.1.11 Вода с пониженным содержанием кислорода: наливают дистиллированную воду по ГОСТ 6709 в коническую колбу (5.2.5), кипятят в течение 5 мин для удаления растворенного кислорода и охлаждают до комнатной температуры в среде азота. Допускается вытеснять растворенный кислород продувкой высокочистым азотом в течение 15 мин.

5.1.12 Натрия тиосульфат, 0,1 М раствор.

5.1.12.1 Приготовление раствора

Взвешивают приблизительно 26,0 г пятиводного тиосульфата натрия и 0,2 г безводного углекислого натрия (5.1.9). Навески переносят в колбу с 1 дм^3 воды с пониженным содержанием кислорода (5.1.11) и герметично закрывают. Раствор выдерживают перед использованием не менее 2 сут.

5.1.12.2 Определение точной концентрации

Требуемое количество йодата калия (5.1.10) нагревают при 130 °С в течение 2 ч и затем охлаждают в эксикаторе. Навеску высушенного йодата калия массой 0,9—1,1 г взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 (5.2.9), растворяют в воде, после чего доводят до метки водой. Переносят пипеткой 25 см^3 раствора в коническую колбу вместимостью 300 см^3 (5.2.5). В коническую колбу добавляют 2 г йодида калия и 2 см^3 серной кислоты и немедленно закрывают пробкой, слегка встряхивают и оставляют на 5 мин в темном месте. В качестве индикатора добавляют 0,5 см^3 раствора крахмала (5.1.13) и титруют 0,1 М раствором тиосульфата натрия (5.1.12) При приближении к конечной точке титрования добавляют еще 0,5 см^3 раствора крахмала. Титрование продолжают до исчезновения синей окраски раствора.

Отдельно проводят холостое титрование. Пипеткой помещают 25 см^3 воды и 2 г йодида калия в коническую колбу вместимостью 300 см^3 (5.2.5), затем добавляют 2 см^3 серной кислоты, немедленно закрывают пробкой, несильно встряхивают и оставляют на 5 мин в темном месте. Холостое титрование проводят, как описано выше. Полученный результат используют для поправки объема, израсходованного на титрование стандартного раствора.

Концентрацию раствора тиосульфата натрия c, моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c = \frac{a\,p}{0{,}0035667\,(V_2 - V_1)\,10000}, \qquad (1)$$

где a — масса йодата калия, г;

p — чистота йодата калия, %;

0,0035667 — масса йодата калия, эквивалентная 1 см^3 0,1 М раствора тиосульфата натрия, г;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование холостой пробы, см^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3.

Результаты округляют до трех значащих цифр.

5.1.13 Раствор крахмала массовой концентрации 1 %; готовят следующим образом: растворяют 1 г водорастворимого крахмала в 99 г горячей воды.

5.2 Аппаратура

5.2.1 Весы, обеспечивающие взвешивание в граммах с погрешностью не более 0,1 мг.

5.2.2 Магнитная мешалка с якорями, покрытыми тефлоном.

5.2.3 pH-метр с погрешностью измерения не более 0,1 pH.

5.2.4 Бюретка вместимостью 50 см^3.

5.2.5 Коническая колба вместимостью 300 см^3 *по ГОСТ 25336* с притертой пробкой.

5.2.6 Пипетки вместимостью 5, 20 и 25 см^3 *по ГОСТ 29169*.

5.2.7 Стакан лабораторный вместимостью 500 см^3 *по ГОСТ 29169*.

5.2.8 Стеклянные мерные цилиндры вместимостью 20 и 100 см^3 *по ГОСТ 29169*.

5.2.9 Мерные колбы с одной меткой вместимостью 250 и 500 см^3 *по ГОСТ 25336*.

6 Проведение испытаний

6.1 Массу пробы выбирают в зависимости от ожидаемого содержания 1,2-гликолей в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Масса проб

Ожидаемое содержание 1,2-гликолей w, моль/кг	Масса пробы, г
До 0,01	10
От 0,01 до 0,05 включ.	8
Св. 0,05 до 0,1 включ.	4
Св. 0,1 до 0,2 включ.	2
Св. 0,2	1

6.2 Взвешивают пробу с погрешностью не более 0,1 мг и переносят в коническую колбу вместимостью 300 см³. Добавляют 25 см³ хлороформа (5.1.1). Полученный раствор нагревают до получения прозрачного раствора и охлаждают до комнатной температуры.

6.3 Пипеткой добавляют 25 см³ 0,2 М раствора йодной кислоты (5.1.6) в коническую колбу. Притертую пробку смачивают водой и плотно закрывают колбу. Хорошо перемешивают и оставляют реакционную смесь при комнатной температуре на 2 ч.

6.4 В коническую колбу помещают 100 см³ холодной воды и закрывают пробкой. Интенсивно перемешивают магнитной мешалкой в течение 30 с.

6.5 Внутреннюю поверхность конической колбы и пробки промывают небольшим количеством воды. Пипеткой добавляют 5 см³ раствора серной кислоты (5.1.7).

6.6 Пипеткой добавляют 20 см³ 20 %-ного раствора йодистого калия (5.1.8).

6.7 Интенсивно перемешивают магнитной мешалкой в течение 30 с. Титруют 0,1 М раствором тиосульфата натрия (5.1.12) при перемешивании. При приближении к конечной точке титрования, когда раствор станет бледно-желтым, добавляют в качестве индикатора примерно 1 см³ раствора крахмала (5.1.13).

6.8 Титрование продолжают до исчезновения синей окраски раствора.

6.9 Аналогичным образом с использованием тех же самых реактивов, но без добавления пробы, проводят холостое титрование.

7 Обработка результатов

Содержание 1,2-гликолей w, моль/кг, рассчитывают по формуле

$$w = \frac{(V_2 - V_1)c}{2m_0}, \quad (2)$$

где V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование холостой пробы, см³;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование пробы, см³;

c — концентрация раствора тиосульфата натрия , моль/дм³;

m_0 — масса испытуемой пробы, г.

8 Прецизионность

Данные о прецизионности метода были получены в серии межлабораторных испытаний, проведенных в 2000 г. в восьми независимых лабораториях в Японии. Были испытаны три доступные на рынке смолы с различным содержанием 1,2-гликолей. Полученные результаты были проанализированы в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Повторяемость и воспроизводимость рассчитанные, по экспериментальным данным, приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Показатели прецизионности метода

Проба	Содержание 1,2-гликолей (среднее), моль/кг	Повторяемость s_r	Воспроизводимость s_R
Проба А (жидкая эпоксидная бисфенольная смола)	0,029	0,002	0,003
Проба В (жидкая эпоксидная бисфенольная смола)	0,063	0,002	0,002
Проба С (твердая эпоксидная бисфенольная смола)	0,24	0,02	0,02

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;
b) *всю информацию для идентификации образца*;
c) результат испытаний;
d) дату проведения испытаний;
e) другую необходимую информацию.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002	IDT	ISO 5725-2 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения»
ГОСТ 6709—72	NEQ	ISO 3696 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта	Структура международного стандарта ISO 21048—2014
1 Область применения (раздел 1)	1 Область применения
2 Нормативные ссылки (раздел 2)	2 Ссылочные документы
3 Термины и определения (раздел 3)	3 Термины и определения
4 Сущность метода (раздел 4)	4 Сущность метода
5 Реактивы и аппаратура (разделы 5 и 6)	5 Реактивы 6 Аппаратура
6 Проведение испытаний (6.2 и 6.3)	7 Проведение испытаний
7 Обработка результатов (раздел 8)	8 Обработка результатов
8 Прецизионность (раздел 9)	9 Прецизионность
9 Протокол испытаний (раздел 10)	10 Протокол испытаний
Приложение ДА Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте	
Приложение ДБ Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта	
Примечание — После заголовков разделов настоящего стандарта приведены в скобках номера аналогичных им разделов (подразделов) международного стандарта.	

УДК 678.5:006.354 ОКС 83.080.10

Ключевые слова: эпоксидные смолы; определение содержания; 1,2-гликоли; вицинальные гидроксильные группы

БЗ 10—2017/134

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.10.2017. Подписано в печать 18.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 22 экз. Зак. 2023.
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