МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34364— 2017 (ISO 25761: 2014)

Пластмассы

ПОЛИОЛЫ ДЛЯ ПОЛИУРЕТАНОВ

Определение основности по азоту

**(ISO 25761:2014,
Plastics — Polyols for use in the production of polyurethanes —
Determination of basicity (total amine value), expressed as percent nitrogen,
MOD)**

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» (АНО «Стандарткомпозит») при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» («Союзкомпозит») и Акционерного общества «Институт пластмасс имени Г.С. Петрова» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. № 52—2017)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2017 г. № 1908-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34364—2017 (ISO 25761:2014) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2018 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 25761:2014 «Пластмассы. Полиолы, используемые в производстве полиуретанов. Определение основности (общее аминовое число), выраженное как процент по азоту» («Plastics — Polyols for use in the production of polyurethanes — Determination of basicity (total amine value), expressed as percent nitrogen», MOD).

Дополнительные фразы, слова, показатели и их значения, включенные в текст настоящего стандарта, выделены курсивом.

Ссылки на международные стандарты, которые не приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты или включены в библиографию.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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, 2018

В Российской Федерации 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 2
5 Отбор проб 2
6 Аппаратура 2
7 Вещества, мешающие определению 2
8 Реактивы 2
9 Проведение анализа 2
10 Обработка результатов 3
11 Прецизионность и погрешность 3
12 Протокол анализа 4
Приложение А (обязательное) Определение коэффициента *F* для раствора хлорной кислоты в уксусной кислоте концентрации 0,1 моль/дм^3 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 6
Библиография 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Пластмассы

ПОЛИОЛЫ ДЛЯ ПОЛИУРЕТАНОВ

Определение основности по азоту

Plastics. Polyols for polyurethanes. Determination of basicity on nitrogen

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения основных составляющих полиолов, растворимых в ледяной уксусной кислоте и реагирующих с хлорной кислотой, метод применим для полиолов с массовой долей азота от 0,3 до 10 %.

Данный метод распространяется на полиолы на основе аминов, полиэфирные полиолы, смеси полиэфирных полиолов, используемые в производстве полиуретана.

Результаты анализа применяют для оценки реакционной способности полиолов.

Примечание — Данный метод идентичен методу, изложенному в [1].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 21039—75 Ангидрид уксусный технический. Технические условия

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. 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 «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **полиол:** Полимер на основе окиси этилена и (или) окиси пропилена, содержащий две и более гидроксильные группы.

3.2 **полиуретан:** Полимер, получаемый при взаимодействии органического ди- или полиизоцианата и соединений, содержащих две и более гидроксильных группы.

3.3 **процент по азоту:** Количество основания в пробе, титруемого хлорной кислотой, выраженное в процентах по массе.

3.4 **щелочность:** Количество основания в пробе, титруемого хлорной кислотой, выраженное в мг KOH/г пробы.

Издание официальное

3.5 **общее аминное число:** Количество основания в пробе, титруемого хлорной кислотой, идентифицируемое только в виде аминов и выраженное в мг KOH/г пробы.

4 Сущность метода

Пробу полиола растворяют в ледяной уксусной кислоте. Получившийся однородный раствор титруют методом потенциометрического титрования при температуре окружающей среды титрованным раствором хлорной кислоты в уксусной кислоте до точки эквивалентности.

Результат выражают как массовую долю азота, %, или мг KOH/г пробы.

5 Отбор проб

Пробу полиола отбирают из емкости, предварительно тщательно перемешав содержимое, и помещают ее в чистый сухой сосуд из боросиликатного стекла (сосуды из другого стекла недопустимы).

Если пробы отбирают из технологического потока готовой продукции или клапана, перед началом отбора пробы следует тщательно промыть линию слива продуктом.

До проведения анализа следует герметично закрыть сосуд с пробой.

6 Аппаратура

6.1 Колба вместимостью 1000 $см^3$ *по ГОСТ 1770.*

6.2 Цилиндры вместимостью 100 $см^3$ и 500 $см^3$ *по ГОСТ 1770.*

6.3 Весы лабораторные, обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до четвертого десятичного знака или выше.

6.4 Аппаратура для потенциометрического титрования, включающая потенциометр, оснащенный стеклянным и каломельным электродами, титровальную установку и бюретку вместимостью 20 или *25 $см^3$* по *ГОСТ 29251,* а также самопишущий прибор.

6.5 Стакан вместимостью 400 $см^3$ по ГОСТ 25336.

7 Вещества, мешающие определению

Присутствие любых продуктов с кислой или щелочной реакцией, случайно введенных в пробу, приведет к ошибкам в анализе. Любой материал, способный послужить буфером, может помешать проведению анализа, маскируя конечную точку титрования.

8 Реактивы

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

8.1 Кислота уксусная ледяная *по ГОСТ 61.*

8.2 Ангидрид уксусный *по ГОСТ 21039.*

8.3 Хлорная кислота, раствор с номинальной *массовой долей 70 % по нормативному документу или технической документации.*

8.4 Хлорная кислота, *титрованный раствор* в уксусной кислоте концентрации 0,10 моль/$дм^3$.

Готовят следующим образом: в колбе вместимостью 1000 $см^3$ смешивают 8,7 $см^3$ хлорной кислоты (8.3) и 500 $см^3$ ледяной уксусной кислоты (8.1), добавляют 25 $см^3$ уксусного ангидрида (8.2) и доводят объем раствора ледяной уксусной кислотой до метки на колбе.

ВНИМАНИЕ! Хлорная кислота оказывает сильное раздражающее действие на кожу, глаза и слизистые оболочки, высокотоксична при попадании в рот и дыхательные пути и может образовывать взрывоопасные смеси при смешивании с углеродсодержащими материалами или высыхании, *поэтому следует соблюдать соответствующие инструкции по охране труда.*

9 Проведение анализа

9.1 В стакане взвешивают пробу, массу *M*, г, которой рассчитывают по формуле

$$M = \frac{2}{P}, \quad (1)$$

где P — ожидаемый процент по азоту в пробе.

При массе пробы менее 10,0 г результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, при массе навески более 10,0 г результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака

9.2 Добавляют в стакан с пробой 100 см^3 ледяной уксусной кислоты и осторожно перемешивают содержимое до полного растворения пробы.

При необходимости смесь можно слегка подогреть до полного растворения пробы.

9.3 Используя аппаратуру для потенциометрического титрования (6.4), титруют полученный раствор раствором хлорной кислоты концентрации 0,10 моль/дм^3 (8.4) до конечной точки *(точки эквивалентности).*

Можно также использовать колориметрическое определение конечной точки. Рекомендуются индикаторы — «синий VF» или «кристаллический фиолетовый». Обычно используют 10 капель раствора индикатора концентрации от 0,3 до 0,5 %.

9.4 Обычно контрольный опыт не проводят, так как его результатом можно пренебречь. Однако периодически следует оценивать результат контрольного опыта, чтобы подтвердить, что его результатом действительно можно пренебречь.

Примечание — Некоторые лаборатории сообщают об использовании этой общей методики при более низких уровнях основности, применяя в качестве титрующего раствора хлорную кислоту концентрации 0,01 моль/дм^3. Сообщается о том, что при низких уровнях основности результаты получаются точнее при колориметрическом определении конечных точек. При этом нет необходимости проводить контрольный опыт, так как растворитель перед добавлением раствора для анализа нейтрализуют. Данные о прецизионности, которые приведены в настоящем стандарте, получены для диапазона от 0,3 до 10 % по азоту. В настоящее время не имеется данных о прецизионности при меньших значениях данного показателя. Поэтому перед тем как применять данный метод для диапазонов ниже 0,3 % по азоту, необходимо будет провести исследования сходимости.

10 Обработка результатов

10.1 Основность пробы как процент по азоту, N, %, вычисляют по формуле

$$N = \frac{VF \cdot 1{,}4}{m \cdot 1000} 100, \quad (2)$$

где V — объем раствора *хлорной кислоты,* израсходованной на титрование до конечной точки *(точки эквивалентности),* см^3;

F — коэффициент, учитывающий концентрацию титрующего раствора хлорной кислоты (определение см. в приложении А);

1,4 — произведение атомной массы азота (14) и номинальной концентрации хлорной кислоты 0,1 моль/дм^3;

m — масса пробы, г;

1000 — коэффициент, учитывающий соотношение между см^3 и дм^3.

10.2 Допускается также приводить результаты в виде щелочности пробы, S, мг KOH/г пробы, *по формуле*

$$S = \frac{VF \cdot 5{,}61}{m}, \quad (3)$$

где 5,61 — произведение молекулярной массы KOH (56,1) и номинальной концентрации хлорной кислоты (0,1 моль/дм^3).

Другие обозначения см. в экспликации к формуле (2).

11 Прецизионность и погрешность

11.1 Общие сведения

Таблица 1 составлена на основе круговых испытаний с участием семи лабораторий, проведенных в 2002 году по [2]. Во всех лабораториях применяли потенциометрическое титрование для формирования данных, используемых в этом исследовании. Все пробы были подготовлены одним источником,

но отдельные растворы для анализа готовили в лабораториях, в которых проводили анализ. Каждый результат анализа представлял собой среднее значение из двух отдельных результатов определения. Каждая лаборатория выполнила двойное определение на каждом материале в каждый из двух дней.

Таблица 1 — Данные кругового сличения процента по азоту

Значения, %, по азоту

Материал	Среднее значение	S_r	S_R	r	R	DF
A	0,317	0,0007	0,0018	0,0020	0,0050	5
B	2,51	0,0046	0,0053	0,0129	0,0148	5
C	5,86	0,0079	0,0139	0,0221	0,0392	5
D	9,45	0,0220	0,0217	0,0616	0,0618	5

s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение от среднего значения;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение от среднего значения;
r — внутрилабораторный предел повторяемости (= $2,8s_r$);
R — межлабораторный предел воспроизводимости (= 2,8sr);
DF — число степеней свободы в данных.

11.2 Прецизионность

11.2.1 Повторяемость r: при сравнении двух результатов параллельных определений для одного и того же материала, полученных одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании в один день, два результата считаются неравнозначными, если они различаются более чем на значение r, указанное для данного материала в таблице 1.

11.2.2 Воспроизводимость R: при сравнении двух результатов, каждый из которых является средним значением параллельных определений, для одного и того же материала, полученных разными операторами на разном оборудовании в разных лабораториях и в разные дни, два результата считаются неравнозначными, если они различаются более чем на значение R, указанное для данного материала в таблице 1.

11.2.3 Для любой оценки в соответствии с 11.2.1 или 11.2.2 вероятность ее правильности составила бы приблизительно 95 %.

Примечание — Приведенные выше данные о r и R предназначены лишь для представления о способе рассмотрения приблизительной прецизионности этого метода. Данные, содержащиеся в таблице 1, не следует неукоснительно применять для приемки или отбраковки материала, так как эти данные относятся только к данным круговым испытаниям и могут не быть репрезентативными по отношению к другим партиям, условиям, материалам или лабораториям. Пользующимся этим методом следует применять статистические принципы для формирования данных конкретно для своей лаборатории и материалов или для обеспечения воспроизводимости между конкретными лабораториями. Тогда для таких данных имели бы силу принципы, изложенные в 11.2.1—11.2.3.

11.3 Погрешность

Погрешность — это разница между наблюдаемыми результатами анализа и принятым опорным значением. Стандарты, с помощью которых можно оценить погрешность этого метода, не выявлены.

12 Протокол анализа

Протокол анализа должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) всю информацию, необходимую для полной идентификации анализируемого материала (производитель, тип продукта, номер партии, дата производства — в зависимости от того, что необходимо);

c) результат анализа (см. 10.1 или 10.2);

d) дату проведения анализа.

Приложение А
(обязательное)

Определение коэффициента *F* для раствора хлорной кислоты в уксусной кислоте концентрации 0,1 моль/дм^3

А.1 Проведение анализа

В фарфоровой ступке измельчают кислый фталат калия и высушивают полученный порошок в сушильном шкафу около 60 мин при температуре 120 °С.

Охлаждают порошок до температуры окружающей среды, не извлекая из сушильного шкафа, и взвешивают от 0,5 до 0,6 г порошка в стакане вместимостью 200 см^3, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Добавляют в стакан 50 см^3 ледяной уксусной кислоты и растворяют порошок при перемешивании.

Проводят потенциометрическое титрование полученного раствора раствором хлорной кислоты.

Вычисляют коэффициент *F* для раствора хлорной кислоты в соответствии с А.2.

А.2 Обработка результатов

Коэффициент *F* вычисляют по формуле

$$F = \frac{m}{0,020422 \cdot V} \cdot \frac{A}{100}, \qquad (А.1)$$

где m — масса навески кислого фталата калия, г;

A — массовая доля основного вещества в кислом фталате калия, %;

0,020422 — масса кислого фталата калия, соответствующая 1 см^3 хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, г;

V — объем хлорной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрования кислого фталата калия.

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 1770—74	NEQ	ISO1042:1998 «Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой» ISO 4787:2010 «Посуда лабораторная стеклянная. Объемные приборы. Методы испытаний вместимости и применения»
ГОСТ 6709—72	NEQ	ISO 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

Библиография

[1] АСТМ Д 6979 (ASTM D 6979) Стандартный метод испытаний для полиуретанового сырья: определение основности полиолов, выраженное в процентах азота (Standard test method for polyurethane raw materials: determination of basicity in polyols, expressed as percent nitrogen)

[2] АСТМ Е 180 (ASTM E 180) Стандартная практика для определения точности методов ASTM для анализа и контроля промышленных и специальных химических веществ (Standard Practice for Determining the Precision of ASTM Methods for Analysis and Testing of Industrial and Specialty Chemicals)

УДК 678.5:632'32'21:006.354 МКС 83.080.10 MOD

Ключевые слова: пластмассы, полиолы, производство полиуретана, аминное число, определение, потенциометрическое титрование, хлорная кислота

БЗ 12—2017/159

Редактор *Е.В. Таланцева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *И.В. Белюсенко*

Сдано в набор 14.12.2017. Подписано в печать 15.01.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 22 экз. Зак. 2730.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru