ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 57966— 2017**

# СТЕКЛОВОЛОКНО

## Метод определения содержания циркония

**Издание официальное**

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН АО «НПО Стеклопластик» совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» (АНО «Стандарткомпозит») при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 063 «Стеклопластики, стекловолокна и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 ноября 2017 г. № 1784-ст

4 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 анализа . . . . . 2
5 Требования к условиям проведения анализа . . . . . 2
6 Аппаратура, реактивы, растворы . . . . . 2
7 Подготовка к анализу . . . . . 3
8 Определение массовой доли оксида циркония $ZrO_2$ . . . . . 3
9 Обработка результатов . . . . . 4
10 Показатели точности измерения . . . . . 4
11 Протокол испытаний . . . . . 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# СТЕКЛОВОЛОКНО

## Метод определения содержания циркония

Fiberglass. Method for determination of zirconium content

**Дата введения — 2018—05—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стекловолокно и стекловолокнистые материалы, содержащие оксид циркония $ZrO_2$ от 2 % до 18 % и определяет содержание в них циркония в пересчете на оксид циркония.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'- тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности $E_1$, $E_2$, $F_1$, $F_2$, $M_1$, $M_{1-2}$, $M_2$, $M_{2-3}$ и $M_3$. Часть 1. Метрологические и технические требования

**Издание официальное**

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 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 следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **комплексонометрическое титрование:** Метод прямого и обратного титрования с использованием комплексона III (трилона Б).

3.2 **аликвотность:** Отношение общего объема мерной колбы к объему аликвотной части раствора.

## 4 Сущность метода анализа

Метод основан на комплексонометрическом определении циркония в пересчете на оксид циркония $ZrO_2$ путем прямого титрования раствором трилона Б в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого в сернокислой среде при температуре, близкой к температуре кипения.

## 5 Требования к условиям проведения анализа

При проведении анализа необходимо соблюдать следующие условия микроклимата в помещениях лаборатории:

- температура должна быть (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха — от 30 % до 80 %.

## 6 Аппаратура, реактивы, растворы

Аппаратура, реактивы и растворы при определении содержания циркония:

- весы лабораторные аналитические класса точности II по ГОСТ Р 53228;
- гири класса F1 по ГОСТ OIML R 111-1;
- муфельная печь или горелка с температурой нагрева (1000±10) °С;
- чашка платиновая круглодонная по ГОСТ 6563;
- эксикатор 1—180 по ГОСТ 25336;
- кальций хлористый безводный в гранулах по нормативной документации, чистый;
- электроплитка бытовая по ГОСТ 14919;
- ступка фарфоровая;
- весы технические III класса по ГОСТ Р 53228;
- колбы мерные 2-1000—2; 2-250—2 по ГОСТ 1770;
- бюретка I—3—2—5—0,02 (микро) по ГОСТ 29251;
- цилиндры 1—25, 1—100 по ГОСТ 1770;

- пипетка Мора 2—2—25 по ГОСТ 29169;
- фильтры беззольные «красная лента» диаметром 15 см;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- цинк металлический по ГОСТ 3640;
- трилон Б по ГОСТ 10652, раствор концентрации $C_{(ди\text{-}Na\text{-}ЭДТА)}$ = 0,025 моль/л, готовят растворением реактива массой 9,3065 г в дистиллированной воде, фильтруют, доводят водой до объема 1 $дм^3$ в мерной колбе и перемешивают;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, концентрированная и разбавленный (1:1) раствор;
- кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и раствор с массовой долей 10 %;
- гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456;
- кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %;
- натрий сернокислый по ГОСТ 4166;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 20 %, готовят растворением 200 г реактива в 300 $см^3$ дистиллированной воды, фильтруют и доводят объем дистиллированной водой до 1 $дм^3$;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 25 %;
- аммиачный буферный раствор pH = (9 — 10) готовят следующим образом;
- смешивают 100 $см^3$ раствора хлористого аммония с массовой долей 20 %, 80 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 % и 820 $см^3$ дистиллированной воды;
- ксиленоловый оранжевый (индикатор) по нормативной документации;
- кислотный хром темно-синий (индикатор) по нормативной документации, готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растирают в ступке с 5 г хлорида натрия или калия;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- калий хлористый по ГОСТ 4234.

## 7 Подготовка к анализу

7.1 Порядок отбора проб от партии определен нормативной документацией на продукцию.

7.2 Отобранную для испытаний пробу усредняют до аналитической пробы от 2 до 5 г материала, помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфельной печи или на горелке при температуре (1000 ± 10) °С в течение 1 ч. Затем пробу охлаждают в эксикаторе (30 ± 5) мин и берут на аналитических весах две параллельные навески для определения оксида циркония $ZrO_2$.

7.3 Для проведения анализа и приготовления растворов для испытания применяют реактивы квалификации «химически чистый» и «чистый для анализа», а также импортные реактивы. Допускается замена средств измерения, аппаратуры, реактивов и лабораторной посуды на аналогичные, не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам, по классу точности не ниже указанных в настоящем стандарте.

## 8 Определение массовой доли оксида циркония $ZrO_2$

### 8.1 Определение поправочного коэффициента для приведения молярной концентрации раствора трилона Б к точной молярной концентрации 0,025 моль/$дм^3$

Навеску металлического цинка массой от 0,15 до 0,20 г, взятую на аналитических весах, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают от 5 до 7 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 20 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают до кипения и медленно кипятят до полного растворения цинка. После охлаждения раствор доливают до метки колбы дистиллированной водой и перемешивают взбалтыванием.

Пипеткой отбирают 25 $см^3$ полученного раствора и помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 75 $см^3$ дистиллированной воды, 15 $см^3$ аммиачного буферного раствора и 5 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25 %, на кончике шпателя добавляют индикатор кислотный хром темно-синий и титруют приготовленным раствором трилона Б до перехода окраски раствора от малиновой к синей.

Титрование проводят не менее трех раз, принимая для расчета среднее арифметическое значение. Поправочный коэффициент К рабочего раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{M}{V \cdot B \cdot 0{,}03268 \cdot 0{,}05}, \quad (1)$$

где $M$ — масса навески цинка, г;

$V$ — объем рабочего раствора трилона Б, израсходованный на титрование аликвотной части раствора, $см^3$;

$B$ — аликвотность;

0,03268 — эквивалент цинка, выраженный в граммах;

0,05 — расчетная концентрация (нормальность) 0,025 М раствора трилона Б.

### 8.2 Проведение анализа

Навеску материала массой 0,3 г, взятую на аналитических весах в платиновую чашку, увлажняют несколькими каплями дистиллированной воды.

В чашку приливают 3,0 $см^3$ концентрированной серной кислоты, 10 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты с массовой долей 40 % и, подложив под чашку кусочек асбеста, медленно выпаривают на электроплитке досуха.

К сухому остатку в чашке приливают 20 $см^3$ разбавленного (1:1) раствора соляной кислоты и нагревают на электроплитке до полного растворения солей. Затем раствор из чашки количественно переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$. Чашку несколько раз промывают горячей дистиллированной водой, собирая промывные воды в ту же мерную колбу. Раствор в колбе кипятят, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают взбалтыванием.

Пипеткой отбирают 25 $см^3$ полученного раствора и помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 75 $см^3$ дистиллированной воды, прибавляют 0,1 г гидрохлорида гидроксиламина, 0,1 г сульфата натрия и приливают 10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 10 %.

Затем в колбу добавляют на кончике шпателя сухой ксиленоловый оранжевый индикатор, раствор нагревают на электроплитке до кипения и сразу же титруют раствором трилона Б до перехода окраски от малиновой к желтой. После чего раствор снова доводят до кипения и, в случае восстановления его окраски в малиновый цвет, продолжают титрование до перехода окраски в желтую.

## 9 Обработка результатов

Массовую долю оксида циркония $X_{ZrO_2}$ %, вычисляют по формуле

$$X_{ZrO_2} = \frac{V \cdot K \cdot T \cdot B \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где $V$ — объем 0,025 М раствора трилона Б (0,05 н.), израсходованный на титрование, $см^3$;

К — поправочный коэффициент раствора трилона Б по отношению к раствору точно 0,05 н;

$T$ — титр 0,025 М раствора трилона Б (0,05 н.), выраженный в граммах оксида циркония $ZrO_2$, равный 0,00308;

$m$ — масса навески материала, г.

## 10 Показатели точности измерения

10.1 За результат массовой доли оксида циркония $ZrO_2$ принимают среднеарифметическое значение из двух параллельных определений.

Расхождения между параллельными определениями не должны быть более 0,15 %.

10.2 Промежуточные вычисления проводят до 3-го знака после запятой, результат округляют до 2-го знака после запятой.

10.3 Навески материала взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более ± 0,0002 г.

## 11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- наименование изготовителя и его товарный знак;
- ссылку на настоящий стандарт;
- все детали, необходимые для идентификации испытанного продукта;
- дату и место проведения испытаний;
- количество проб для испытаний;
- результаты определения массовой доли оксида циркония $ZrO_2$, полученные как среднеарифметическое значение двух параллельных результатов;
- любые технологические детали, не оговоренные в настоящем стандарте, и любые обстоятельства, могущие повлиять на полученные результаты;
- фамилию и инициалы лица, проводившего испытания.

УДК 677.521.06:006.354 ОКС 59.100.10

Ключевые слова: стекловолокнистые материалы, методы испытаний, определение химического состава

**БЗ 12—2017/148**

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 23.11.2017. Подписано в печать 24.11.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 22 экз. Зак. 2399.

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