ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56752— 2015 (ИСО 3001:1999)

СМОЛЫ И СОЕДИНЕНИЯ ЭПОКСИДНЫЕ

Методы определения массовой доли эпоксидных групп и эпоксидного эквивалента

ISO 3001:1999

Plastics — Epoxy compounds — Determination of epoxy equivalent (MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Институт пластмасс имени Г.С. Петрова» (ОАО «Институт пластмасс») на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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 24 ноября 2015 г. № 1954-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 3001 : 1999 «Пластмассы. Эпоксидные соединения. Определение эпоксидного эквивалента» (ISO 3001:1999 «Plastics — Epoxy compounds — Determination of epoxy equivalent») путем добавления отдельных структурных элементов, которые выделены вертикальной линией, расположенной на полях этого текста, а также невключения отдельных структурных элементов и ссылок.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта с целью соответствия требованиям ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Структура настоящего стандарта изменена по сравнению со структурой международного стандарта с целью введения обратного метода определения массовой доли эпоксидных групп, который применяется в России для контроля качества эпоксидных смол и эпоксидных соединений. Добавленные структурные элементы выделены вертикальной линией, расположенной на полях этого текста.

Дополнительные положения, фразы, слова и нормативные ссылки, включенные в текст настоящего стандарта, выделены курсивом.

Оригинальный текст исключенных структурных элементов международного стандарта приведен в дополнительном приложении ДА.

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой указанного международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 ежемесячно издаваемого 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, 2016

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

СМОЛЫ И СОЕДИНЕНИЯ ЭПОКСИДНЫЕ

Методы определения массовой доли эпоксидных групп и эпоксидного эквивалента

Resins and epoxy compounds. Methods for determination of epoxy groups mass fraction and epoxy equivalent

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает *прямой и обратный методы определения массовой доли эпоксидных групп и* метод определения эпоксидного эквивалента и распространяется на эпоксидные смолы и эпоксидные соединения.

Для эпоксидных соединений, содержащих аминный азот, при определении эпоксидного *эквивалента* применяют дополнение, приведенное в приложении А, а *при определении массовой доли эпоксидных групп — обратный метод.*

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 2062—77 Реактивы. Кислота бромистоводородная. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 10455—80 Реактивы. 1,4-Диоксан. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия

ГОСТ 20289—74 Реактивы. Диметилформамид. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

Издание официальное

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 **эпоксидный эквивалент *ЕЕ:*** Масса эпоксидного соединения, которая содержит один моль эпоксидных групп (г).

3.2 **эпоксидный индекс:** Количество молей эпоксидных групп, содержащихся в 1 кг эпоксидного соединения.

4 Общие требования

4.1 Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025.

4.2 Для проведения испытаний используют реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

4.3 При применении методов, установленных настоящим стандартом, следует соблюдать инструкции по технике безопасности, утвержденные в установленном порядке.

4.4 Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и испытательное оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже, чем предусмотренные настоящим стандартом.

Все используемые средства измерений должны быть включены в Государственный реестр средств измерений и быть поверены в установленном порядке.

5 Сущность методов

Сущность метода определения эпоксидного эквивалента *и прямого метода определения массовой доли эпоксидных групп* заключается в реакции эпоксидных групп с бромистым водородом, который образуется при действии раствора хлорной кислоты *в ледяной уксусной кислоте* на бромистый тетраэтиламмоний, *или в реакции эпоксидных групп с бромистым водородом, который содержится в растворе бромистоводородной кислоты в ледяной уксусной кислоте.*

Конечную точку *титрования* определяют индикаторным (визуальным) методом, используя в качестве индикатора кристаллический фиолетовый, или потенциометрическим методом *для окрашенных в темный цвет продуктов.*

Сущность обратного метода определения массовой доли эпоксидных групп заключается в реакции эпоксидных групп с соляной кислотой и последующем титровании ее избытка раствором гидроксида натрия или азотнокислого серебра.

Конечную точку титрования определяют индикаторным(визуальным) методом, используя в качестве индикатора метиловый красный, или потенциометрическим методом, используя аргентометрическое титрование.

6 Реактивы

6.1 Кислота уксусная ледяная *по ГОСТ 61.*

6.2 Ангидрид уксусный *по ГОСТ 5815.*

6.3 Хлороформ *по ГОСТ 20015.*

6.4 Калий фталевокислый кислый *по нормативному документу или технической документации.*

6.5 Кристаллический фиолетовый, раствор индикатора; получают растворением 0,1 г кристаллического фиолетового в 100 см^3 ледяной уксусной кислоты (6.1).

6.6 Кислота хлорная, раствор концентрации *с ($HClO_4$) = 0,1* моль/дм³.

6.6.1 Приготовление раствора

8,5 см^3 водного раствора хлорной кислоты с массовой долей 70 % приливают к раствору, представляющему собой смесь 500 см^3 ледяной уксусной кислоты (6.1) и 30 см^3 уксусного ангидрида (6.2). Объем раствора доводят до 1000 см^3, приливая ледяную уксусную кислоту при тщательном перемешивании.

6.6.2 Определение точной концентрации

Концентрацию полученного раствора устанавливают путем его титрования раствором *0,2 г* фталевокислого кислого калия (6.4) в смеси 20 см^3 ледяной уксусной кислоты (6.1) и 10 см^3 хлороформа (6.3), в качестве индикатора используют раствор кристаллического фиолетового (6.5) или применяют прибор потенциометрического титрования см. (7.1). Фталевокислый кислый калий перед растворением, при необходимости, предварительно высушивают в течение 2 ч при температуре 120 °С.

Конечную точку титрования определяют, используя от 4 до 6 капель раствора кристаллического фиолетового, титруя до получения устойчивой зеленой окраски, или применяя прибор потенциометрического титрования. Если для определения эпоксидного эквивалента *и массовой доли эпоксидных групп* используют потенциометрический метод, то для определения концентрации хлорной кислоты также следует использовать указанный метод. Записывают температуру t_s титрованного раствора хлорной кислоты.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт без раствора хлорной кислоты.

6.6.3 Вычисление концентрации

Концентрацию *с* раствора хлорной кислоты (6.6.1), моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \cdot 0,20422}, \quad (1)$$

где

m − масса использованного фталевокислого кислого калия, г;

V_1 — объем раствора хлорной кислоты (6.6.1), израсходованный на титрование, см^3;

V_0 − объем раствора хлорной кислоты (6.6.1), израсходованный в контрольном опыте, см^3;

0,20422 — молярная масса фталевокислого кислого калия, г/моль.

Результат вычисления округляют до четвертого десятичного знака.

6.6.4 Рекомендуется готовить уксуснокислый раствор хлорной кислоты концентрации с ($HClO_4$) = 0,1 моль/дм³ по ГОСТ 25794.3.

6.7 Тетраэтиламмоний бромистый, раствор *в ледяной уксусной кислоте.*

Раствор готовят следующим образом: 100 г бромистого тетраэтиламмония растворяют в 400 см^3 ледяной уксусной кислоты (6.1). Добавляют несколько капель раствора кристаллического фиолетового (6.5). Если при этом цвет раствора изменился, восстанавливают его первоначальный цвет (сине-зеленый) при помощи титрованного раствора хлорной кислоты (6.6).

Для некоторых эпоксидных соединений с низкой реакционной способностью рекомендуется использовать йодистый тетрабутиламмоний в твердом виде или в виде раствора с массовой долей 10 % в хлороформе. В этом случае следует максимально исключить действие света. Растворы йодистого тетрабутиламмония в хлороформе нестабильны и для каждого титрования должны быть свежеприготовленными.

6.8 Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, прокаленный при температуре от 270 °С до 300 °С.

6.9 Хлорбензол по нормативному документу или технической документации.

6.10 Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

6.11 Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062, раствор концентрации с (HBr) = 0,1 моль/дм³ в ледяной уксусной кислоте.

Раствор готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 100 см^3 ледяной уксусной кислоты, приливают 15 см^3 бромистоводородной кислоты, перемешивают и доливают до метки уксусной кислотой. Концентрацию раствора устанавливают по углекислому натрию или фталевокислому кислому калию в присутствии кристаллического фиолетового или потенциометрическим методом.

6.12 Натрий бромистый по нормативному документу или технической документации, раствор в ледяной уксусной кислоте концентрации 3 г/дм^3.

6.13 Метанол-яд по ГОСТ 6995.

6.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.15 Ацетон по ГОСТ 2603.

6.16 Диоксан по ГОСТ 10455.

6.17 Диметилформамид по ГОСТ 20289.

6.18 Кислота соляная по ГОСТ 3118.

6.19 Ацетоновый раствор соляной кислоты.

Раствор готовят следующим образом: к 1 см³ соляной кислоты(6.18) добавляют 40 см³ ацетона(6.15) и перемешивают. Раствор используют в течение 8 ч.

6.20 Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

6.21 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации с (NaOH)=0,1 моль/дм³, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

6.22 Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

6.23 Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации с ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³, приготовленный по ГОСТ 25794.3. Коэффициент поправки раствора устанавливают потенциометрическим методом по хлористому натрию (6.22) в водно-ацетоновой среде (2:3).

6.24 Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, насыщенный раствор.

7 Аппаратура

7.1 Прибор для потенциометрического титрования, оснащенный серебряным электродом и хлорсеребряным или *каломельным электродом.*

7.2 Весы, *обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.*

7.3 Колба коническая вместимостью 100 или *250* см³ *по ГОСТ 25336* с *притертой пробкой.*

7.4 Бюретка градуированная вместимостью 10 см³ *с ценой деления 0,05 см³ по ГОСТ 29251. Допускается использовать градуированную бюретку вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.*

7.5 Стеклянная аппаратура с притертыми соединениями, отверстия которой защищены от проникновения влаги с помощью трубок, заполненных хлористым кальцием.

7.6 Мешалка магнитная с перемешивающим стержнем, покрытым политетрафторэтиленом.

7.7 Термометр с ценой деления 0,1 °С, *позволяющий проводить измерение в интервале температур от 10 °С до 35 °С.*

7.8 Пипетки вместимостью 2, *5,* 10 и *15* см³ *по ГОСТ 29169.*

7.9 Мерная колба вместимостью 1000 см³ *по ГОСТ 1770.*

7.10 Мерные цилиндры вместимостью *25,* 50,*100 и* 500 см³ *по ГОСТ 1770.*

7.11 Стакан вместимостью 100 см³ по ГОСТ 25336.

7.12 pH-метр лабораторный.

7.13 Электрод сравнения типа ЭВЛ-1М1 или ЭВЛ-1М3, заполненный насыщенным раствором хлористого калия в метаноле (прямой метод).

7.14 Электрод сравнения типа ЭВЛ-1М1 или ЭВЛ-1М3, заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия (обратный метод).

7.15 Электрод индикаторный стеклянный ЭСЛ-43-07 или ЭСЛ-63-07(прямой метод). Предварительно электрод выдерживают в течение 2 ч в смеси ледяной уксусной кислоты и уксусного ангидрида (10:1), затем промывают уксусной кислотой и водой. Допускается при промывке индикаторных электродов использовать метанол. Электроды хранят в дистиллированной воде.

7.16 Электрод индикаторный поляризованный анодно (обратный метод). Электрод изготовляют из серебряной проволоки диаметром от 2 до 3 мм, длиной от 80 до 90 мм.

8 Проведение испытания

8.1 Прямой метод

8.1.1 *Титрование раствором хлорной кислоты (определение эпоксидного эквивалента и массовой доли эпоксидных групп)*

8.1.1.1 В конической колбе взвешивают пробу, содержащую от 0,6 до 0,9 моля эпоксидных групп (это соответствует массе от 0,6 · ЕЕ до 0,9 · ЕЕ мг, где ЕЕ — предполагаемое значение эпоксидного эквивалента).

Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Допускается использовать пробу массой от 0,1 до 0,4 г.

8.1.1.2 Приливают в колбу 10 см^3 хлороформа (6.3) и растворяют пробу при перемешивании на магнитной мешалке (7.6), если необходимо, слегка подогревают раствор.

Охлаждают раствор до температуры окружающей среды, добавляют 20 см^3 ледяной уксусной кислоты (6.1) и затем пипеткой (7.8) приливают 10 см^3 раствора бромистого тетраэтиламмония (6.7). В случае эпоксидных соединений с высокой молекулярной массой увеличивают объем хлороформа до 30 см^3.

8.1.1.3 Если применяют индикаторный метод, то к раствору, *полученному по 8.1.1.2*, добавляют от 4 до 6 капель раствора кристаллического фиолетового (6.5) и титруют его при перемешивании на магнитной мешалке раствором хлорной кислоты (6.6).

Титрование продолжают до получения устойчивой зеленой окраски.

8.1.1.4 Если применяют потенциометрический метод, то в раствор, *полученный по 8.1.1.2*, помещают электроды. Подбирают скорость мешалки таким образом, чтобы обеспечить сильное перемешивание без расплескивания, и титруют раствор, используя раствор хлорной кислоты (6.6).

8.1.1.5 Записывают температуру t раствора хлорной кислоты для того, чтобы учесть возможное расширение раствора при повышении температуры.

8.1.2 Титрование раствором бромистоводородной кислоты (определение массовой доли эпоксидных групп)

8.1.2.1 В конической колбе взвешивают пробу массой от 0,1 до 0,2 г.

Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

8.1.2.2 Приливают в колбу 10 см^3 ледяной уксусной кислоты (6.1) и растворяют пробу при перемешивании на магнитной мешалке (7.6) . Если проба не растворилась в ледяной уксусной кислоте, ее растворяют в 10 см^3 хлороформа (6.3), или хлорбензола (6.9), или четыреххлористого углерода (6.10). Добавляют к раствору 10 см^3 ледяной уксусной кислоты, от 4 до 6 капель раствора кристаллического фиолетового (6.5) и титруют раствором бромистоводородной кислоты в ледяной уксусной кислоте (6.11) до получения устойчивой зеленой окраски.

8.1.3 Потенциометрическое титрование раствором бромистоводородной кислоты (определение массовой доли эпоксидных групп)

8.1.3.1 В стакане (7.11) взвешивают пробу массой от 0,1 до 0,2 г.

Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

8.1.3.2 Приливают в стакан от 30 до 40 см^3 раствора бромистого натрия в ледяной уксусной кислоте (6.12) и растворяют пробу при перемешивании на магнитной мешалке (7.6) . Если проба не растворилась в ледяной уксусной кислоте, ее растворяют в 10 см^3 хлороформа (6.3), или хлорбензола (6.9), или четыреххлористого углерода (6.10). Добавляют к раствору от 20 до 30 см^3 раствора бромистого натрия в ледяной уксусной кислоте.

Стакан устанавливают на магнитную мешалку и титруют при перемешивании раствором бромистоводородной кислоты в ледяной уксусной кислоте (6.11) до резкого изменения потенциала электрода в точке эквивалентности.

8.1.4 Аналогичным образом проводят контрольные опыты без испытуемой пробы.

8.2 Обратный метод

8.2.1 Титрование раствором гидроокиси натрия

8.2.1.1 В конической колбе (7.3) взвешивают пробу массой от 0,1 до 0,5 г. Если эпоксидное соединение содержит аминный азот, то масса пробы — от 0,1 до 0,3 г.

Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

8.2.1.2 Приливают в колбу 5 см^3 ацетона (6.15) и растворяют пробу. Если проба не растворилась в ацетоне, растворяют в 5 см^3 диоксана (6.16) или диметилформамида (6.17).

Пипеткой (7.8) прибавляют к раствору 10 см^3 ацетонового раствора соляной кислоты (6.19) или 15 см^3 — для эпоксидных соединений, содержащих аминный азот.

Раствор выдерживают при температуре окружающей среды в течение 30 мин, затем добавляют к нему 2 или 3 капли раствора метилового красного (6.20) и титруют раствором гидроокиси натрия (6.21) до исчезновения красной окраски.

8.2.1.3 Аналогичным образом проводят контрольный опыт без испытуемой пробы.

8.2.2 Потенциометрическое титрование раствором азотнокислого серебра

8.2.2.1 В стакане (7.11) взвешивают пробу эпоксидного соединения, содержащего аминный азот, массой от 0,1 до 0,3 г.

Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

8.2.2.2 Приливают в стакан 5 см^3 ацетона (6.15) и перемешивают до полного растворения. Если проба не растворилась в ацетоне, ее растворяют в 5 см^3 диоксана (6.16) или диметилформамида (6.17).

Пипеткой (7.8) прибавляют в стакан 15 см^3 ацетонового раствора соляной кислоты (6.19) и тщательно перемешивают.

Раствор выдерживают при температуре окружающей среды в течение 30 мин, затем добавляют к нему 40 см^3 смеси воды и ацетона (2:3).

Стакан устанавливают на магнитную мешалку и титруют раствором азотнокислого серебра (6.23) до резкого изменения потенциала электрода в точке эквивалентности.

8.2.2.3 Аналогичным образом проводят контрольный опыт без испытуемой пробы.

9 Обработка результатов

9.1 Эпоксидный эквивалент *EE*, г/моль, вычисляют по формуле

$$EE = \frac{1000 \cdot m}{(V_1 - V_0) \cdot \left(1 - \frac{t - t_s}{1000}\right) \cdot c}, \quad (2)$$

где

m — масса испытуемой пробы, г;

V_1 – объем раствора хлорной кислоты (6.6), израсходованный на титрование испытуемой пробы, см^3;

V_0 – объем раствора хлорной кислоты (6.6), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

t – температура раствора хлорной кислоты (6.6) во время определения и контрольного опыта, °С;

t_s – температура раствора хлорной кислоты (6.6) во время установления его концентрации, °С;

c – концентрация раствора хлорной кислоты (6.6), полученная по 6.6.3, моль/дм^3.

Примечание — Вследствие значительного коэффициента расширения раствора хлорной кислоты ($1{,}07 \cdot 10^{-3}$ °С$^{-1}$), который соответствует изменению объема 0,1 % на градус Цельсия, необходимо учитывать поправочный коэффициент. Применение такого коэффициента можно исключить, работая в помещении с контролируемой температурой.

Результат вычисления записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Иногда результат представляют в виде эпоксидного индекса, моль эпоксидных групп/кг, который вычисляют по формуле

$$\text{Эпоксидный индекс} = \frac{1000}{EE} \quad (3)$$

9.2 Массовую долю эпоксидных групп вычисляют:

9.2.1 При прямом методе X, %, по формуле

$$X = \frac{(V_2 - V_3)\,0{,}0043}{m_1} 100, \quad (4)$$

где

V_2 — объем раствора бромистоводородной или хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование испытуемой пробы, см^3;

V_3 — объем раствора бромистоводородной или хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3,израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

0,0043 — масса эпоксидных групп, соответствующая 1 см^3 раствора бромистоводородной или хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

m_1 — масса испытуемой пробы, г.

Примечание — Если температура растворов хлорной кислоты и бромистоводородной кислоты в ледяной уксусной кислоте во время определения и контрольного опыта отличается от температуры во время

установления концентрации этих растворов более чем на 5 °С, учитывают поправочный коэффициент на изменение объема, равный $1-\frac{t-t_s}{1000}$.

9.2.2 При обратном методе X_1, %, по формуле

$$X_1 = \frac{(V_5 - V_4)0,0043}{m_2}100, \quad (5)$$

где

V_5 — объем раствора гидроокиси натрия или азотнокислого серебра концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

V_4 — объем раствора гидроокиси натрия или азотнокислого серебра концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование пробы анализируемого продукта, см^3;

0,0043 — масса эпоксидных групп, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия или азотнокислого серебра концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

m_2 — масса испытуемой пробы, г.

9.2.3 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение не менее двух определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости, равного 0,25 %.

Результат вычисления записывают с точностью до первого десятичного знака.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа — ±0,14 % при доверительной вероятности P = 0,95.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт, *наименование определяемого показателя и метода испытания;*

b) данные, необходимые для идентификации испытуемого продукта *(наименование, сорт, марка, обозначение нормативного документа или технической документации на продукцию, наименование предприятия-изготовителя и страны);*

c) используемый реагент, если это был не бромистый тетраэтиламмоний;

d) результаты испытания и способ их представления, в том числе результаты параллельных определений;

e) подробности о любой операции, не указанной в данном настоящем стандарте, а также любые случайности, которые могут повлиять на результаты;

f) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Модификация метода, применимая к эпоксиаминам

А.1 Общие положения

Если методом, приведенным в настоящем стандарте, проводят испытания эпоксидных соединений, содержащих аминный азот (эпоксиаминах), то полученные значения эпоксидного эквивалента будут занижены. Это происходит вследствие реакции между хлорной кислотой и аминным азотом, ведущей к образованию соли.

Если учитывать количество хлорной кислоты, израсходованной на образование соли, то метод можно также применить для определения эпоксидного эквивалента эпоксиаминов.

А.2 Сущность метода

Аминный азот в испытуемой пробе эпоксиамина определяют путем титрования раствором хлорной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм^3. Полученное таким образом второе значение при контрольном опыте используют в качестве поправки при вычислении эпоксидного эквивалента в соответствии с А.4.

А.3 Проведение анализа

Проводят второй контрольный опыт в соответствии с 7.1.1 настоящего стандарта , но без добавки раствора бромистого тетраэтиламмония (6.7).

А.4 Обработка результатов

Эпоксидный эквивалент эпоксиамина *EE*, г/моль, вычисляют по формуле

$$EE = \frac{1000m}{\left(V_1 - V_0 - V_2 \cdot \frac{m}{m_1}\right)\left(1 - \frac{t - t_s}{1000}\right) \cdot c}, \qquad (A.1)$$

где

V_2 – объем раствора хлорной кислоты (6.6), использованный во втором контрольном опыте, см^3;

m_1 – масса пробы, использованная во втором холостом опыте, г.

Остальные обозначения соответствуют обозначениям, приведенным в 9.1, настоящего стандарта.

Массовую долю эпоксидных групп в эпоксиаминах X_2 , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{\left(V_2 - V_3 - V_6 \frac{m_1}{m_3}\right) 0,0043}{m_1} 100, \qquad (A.2)$$

где

V_6 – *объем раствора бромистоводородной или хлорной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм^3,израсходованный на титрование во втором контрольном опыте, см^3;*

m_3 – *масса пробы, использованная во втором холостом опыте, г.*

Остальные обозначения соответствуют обозначениям, приведенным в 9.1 настоящего стандарта.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст исключенных структурных элементов

ДА.1 **10 Прецизионность**

10 Прецизионность

Прецизионность метода была определена в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1при проведении межлабораторных испытаний, организованных в Японии в 1996 г.

Повторяемость и воспроизводимость значений для жидких и твердых бисфенольных эпоксидных полимеров типа А представлена ниже:

Т а б л и ц а 1 — Жидкие бисфенольные эпоксидные соединения типа А

Метод титрования	Повторяемость		Воспроизводимость		Среднее значение *EE*
	s_r	*r*	S_R	*R*	
Потенциометрический	0,61	1,72	1,22	3,41	187,0
Индикаторный	0,68	1,91	1,04	2,91	188,2

Т а б л и ц а 2 — Твердые бисфенольные эпоксидные соединения типа А

Метод титрования	Повторяемость		Воспроизводимость		Среднее значение *EE*
	s_r	*r*	*SR*	*R*	
Потенциометрический	0,87	2,43	6,68	18,71	916,3
Индикаторный	2,94	8,24	8,01	22,44	919,2

где

s_r — стандартное отклонение повторяемости (внутри лаборатории);

r — повторяемость (абсолютная величина);

S_R — стандартное отклонение воспроизводимости (между лабораториями);

R — воспроизводимость (абсолютная величина).

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта	Структура международного стандарта ISO 3001 : 1999
1 Область применения (1)	1 Область применения
2 Нормативные ссылки	2 Определения
3 Термины и определения (2)	3 Сущность метода
4 Общие требования	4 Реактивы
5 Сущность методов (3)	5 Аппаратура
6 Реактивы (4)	6 Проведение испытания
7 Аппаратура (5)	7 Обработка результатов
8 Проведение испытания (6)	8 Прецизионность*
9 Обработка результатов (7)	Приложение А Модификация метода, применимая к эпоксиаминам
10 Протокол испытания (10)	
Приложение А Модификация метода, применимая к эпоксиаминам	
Приложение ДА Оригинальный текст исключенных структурных элементов	
Приложение ДБ Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта	

* Данный раздел исключен, т. к. не содержит полезной информации.

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

УДК 678.686.001.4:006.354 ОКС 83.080. 10

Ключевые слова: эпоксидные смолы и соединения, эпоксидный эквивалент, эпоксидный индекс массовая доля эпоксидных групп, титрование

Редактор *И.А. Косоруков*

Корректор *Л.С. Лысенко*

Компьютерная вёрстка *Е.К. Кузиной*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60х84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 40 экз. Зак. 73.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru