ГОСТ Р 50486—93
(ИСО 8988—89)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ПЛАСТМАССЫ. СМОЛЫ ФЕНОЛЬНЫЕ

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ГЕКСАМЕТИЛЕНТЕТРАМИНА

Издание официальное

БЗ 1—93/54

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 49 «Продукция на основе фенолоформальдегидных смол (фенопласты)»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 08.02.93 № 32

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 8988—89 «Пластмассы. Смолы фенольные. Определение содержания гексаметилентетрамина» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|
| ГОСТ 1381—73 | 8 3 1 |
| ГОСТ 1770—74 | 3 4 4 |
| ГОСТ 2603—79 | 3 3 2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2 3 4 |
| ГОСТ 4165—78 | 2 3 2 |
| ГОСТ 4171—76 | 2 3 2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 3 1 |
| ГОСТ 4328—77 | 2 3 3 2 3 5 |
| ГОСТ 6709—72 | 2 3 3 3 |
| ГОСТ 10298—79 | 2 3 2 |
| ГОСТ 18300—87 | 2 3 6 |
| ГОСТ 20292—74 | 2 4 3 3 4 2 |
| ГОСТ 24104—88 | 2 4 4, 3 4 5 |
| ГОСТ 25336—82 | 2 4 1 3 4 3 |
| ТУ 6—09—29—76 | 2 3 6 |
| ТУ 6—09—2878—84 | 3 3 3 |
| ТУ 6—09—5169—84 | 2 3 6 |
| ТУ 6—09—5360—88 | 2 3 7 |

Редактор *В М Лысенкина*
Технический редактор *В Н Малькова*
Корректор *В С Черная*

Сдано в наб 24 02 93 Подп к печ 11 05 93 Усл п л 0 5 Усл кр отт 0,5
Уч изд л 0 40 Тираж 417 экз С 181

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 107076 Москва Колодезный пер, 14
Тип «Московский печатник» Москва Лялин пер 6 Зак 125

УДК 678.632.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ПЛАСТМАССЫ. СМОЛЫ ФЕНОЛЬНЫЕ

## Определение содержания гексаметилентетрамина

Plastics. Phenolic resins. Determination of hexamethylenetetramine content

ГОСТ Р 50486—93

(ИСО 8988—89)

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.94

## 1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения содержания гексаметилентетрамина («гекса») в фенольных смолах. Оба метода эквивалентны. Метод Кьельдаля, описанный в разд. 2, неприменим, если в фенольной смоле имеются компоненты, содержащие азот. Метод с использованием хлорной кислоты, описанный в разд. 3, применим только в случае, когда в смоле не содержатся основные или кислотные добавки.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

## 2. МЕТОД КЬЕЛЬДАЛЯ

**Предупреждение.** В целях безопасности определение азота методом Кьельдаля должно проводиться в вытяжном шкафу.

2.1. Назначение

Настоящий раздел устанавливает метод определения суммарного азота в фенольных смолах в пересчете на гексаметилентетрамин.

2.2. Сущность метода

Превращение гексаметилентетрамина в испытуемой пробе в бисульфат аммония в горячей концентрированной серной кислоте в присутствии каталитической смеси.

Превращение бисульфата аммония в сульфат натрия и аммиак реакцией с гидроокисью натрия.

Перегонка аммиака и поглощение его соляной (хлористоводородной) кислотой.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Титрование избытка соляной кислоты стандартным титрованным раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора.

2.3. Реактивы

При проведении анализа, если нет других указаний, используют реактивы только аналитического качества, не содержащие азот, и только дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты.

2.3.1. Кислота серная, концентрированная по ГОСТ 4204.

2.3.2. Каталитическая смесь Кьельдаля, содержащая 97 г декагидрата сульфата натрия ($Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$) по ГОСТ 4171, 1,5 г пентагидрата сульфата меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) по ГОСТ 4165 и 1,5 г селена (Se) по ГОСТ 10298.

2.3.3. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 30%-й раствор (по массе).

2.3.4. Кислота соляная по ГОСТ 3118, $c$ (HCl) = 0,10 моль/л.

2.3.5. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, стандартный титрованный раствор, $c$ (NaOH) = 0,10 моль/л.

2.3.6. Смешанный индикатор, раствор.

Растворяют 60 мг метилового красного по ТУ 6—09—5169 и 40 мг метиленового голубого по ТУ 6—09—29 в 100 мл этанола по ГОСТ 18300.

*2.3.7. Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, 0,1%-й раствор (по массе).*

2.4. Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и по пп. 2.4.1—2.4.5

2.4.1. Колба Кьельдаля по ГОСТ 25336, вместимостью 250 или 300 мл для процесса разложения.

2.4.2. Установка для перегонки, *снабженная делительной воронкой и каплеотборником* (промышленностью выпускаются различные модели).

2.4.3. Бюретка вместимостью 50 мл с ценой деления 0,1 мл по ГОСТ 20292.

2.4.4. Аналитические весы с точностью до 1 мг.

*Допускается применять весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 20 г, 2-го класса точности, допускаемой погрешностью ±0,1 мг.*

2.4.5. Гранулы из карбида кремния для предотвращения кипения толчками.

2.5. Проведение испытания

2.5.1. *Разложение при нагревании*

В колбу Кьельдаля (п. 2.4.1) взвешивают 1—2 г фенольной смолы с точностью до 1 мг.

Добавляют 5 г каталитической смеси (п. 2.3.2), 25 мл концентрированной серной кислоты (п. 2.3.1) и осторожно нагревают, пока цвет смеси в результате разложения не изменится от черного или янтарного до светлого. Затем увеличивают скорость нагрева-

ния в течение 5 мин от изменения цвета и до возможного кипения.

После разложения жидкость охлаждают приблизительно до комнатной температуры, но не допуская загустения.

Осторожно добавляют 100 мл воды и переносят раствор количественно, промывая водой *(около 200 мл)*, в колбу установки для перегонки.

Добавляют несколько гранул карбида кремния (п. 2.4.5) для предотвращения кипения толчками *и 5 капель фенолфталеина (п. 2.3.7) 0,1%-го раствора.* Затем к этому раствору добавляют *(около 100 мл)* 30%-й (по массе) раствор NaOH (п. 2.3.3) до получения щелочной реакции *(слегка розовой окраски)*.

Перегоняют аммиак с водяным паром в приемник, содержащий 50 мл соляной кислоты (п. 2.3.4). Перегонку продолжают до тех пор, пока не будет собрано около 300 мл воды.

2.5.2. *Титрование*

Закончив перегонку, добавляют к содержимому приемника несколько капель раствора смешанного индикатора (п. 2.3.6) и титруют *избыток соляной кислоты раствором гидроокиси натрия* (п. 2.3.5), используя бюретку (п. 2.4.3).

2.6. Обработка результатов

Содержание гексаметилентетрамина, выраженное в процентах по массе, вычисляют по формуле

$$\frac{0{,}35 \cdot (V_0 - V_1)}{m_0},$$

где $V_0$ — объем соляной кислоты (п. 2.3.4) в приемнике установки для перегонки, мл;

$V_1$ — объем раствора гидроокиси натрия (п. 2.3.5), пошедший на обратное титрование, мл;

$m_0$ — масса испытуемой пробы, г.

2.7. Воспроизводимость

Результаты воспроизводимы в пределах 0,30% (по массе) гексаметилентетрамина.

2.8. Число определений

Выполняют два определения. Если результаты отличаются более чем на 5%, испытание повторяют, выполняя снова два определения. Вычисляют среднее арифметическое двух отдельных результатов.

## 3. МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ

3.1. Назначение

Настоящий раздел устанавливает метод определения гексаметилентетрамина в фенольных смолах прямым титрованием. На

результаты определения оказывает влияние присутствие кислотных или основных добавок. В таких случаях рекомендуется использовать метод Кьельдаля.

3.2. Сущность метода

Определение одной из третичных аминогрупп гексаметилентетрамина в испытуемой пробе титрованием хлорной кислотой.

3.3. Реактивы

При проведении анализа, если нет других указаний, используют реактивы только аналитического качества, не содержащие азот, и только дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты.

3.3.1. Гексаметилентетрамин *марок С (высший сорт) и* М по ГОСТ 1381

3.3.2. Ацетон по ГОСТ 2603.

3.3.3. Кислота хлорная по ТУ 6—09—2878, 70%-й (по объему) раствор.

**Предупреждение.** Хлорная кислота опасна в присутствии органического вещества, поскольку может произойти взрыв, если хлорная кислота в избытке.

3.4. Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и по пп. 3.4.1—3.4.6

3.4.1. Магнитная мешалка

3.4.2. Автоматическая бюретка, номинальной вместимостью не менее 15 мл, с ценой деления 0,1 мл, с краном, изготовленным из политетрафторэтилена.

*Допускается применять бюретки 1—2—25—0,1 и 5—1—25 по ГОСТ 20292.*

3.4.3. Стаканы вместимостью 100 мл по ГОСТ 25336.

3.4.4. Градуированный цилиндр вместимостью 1000 мл по ГОСТ 1770.

3.4.5. Аналитические весы с точностью до 0,1 и 1 мг.

*Допускается применять весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 20 г, с пределом допускаемой погрешности ±0,1 мг по ГОСТ 24104.*

3.4.6. pH-метр.

3.5. Проведение испытания

3.5.1. Приготовление и титрование раствора хлорной кислоты в ацетоне

8 мл раствора хлорной кислоты (п. 3.3.3) помещают в градуированный цилиндр вместимостью 1000 мл (п. 3.4.4) и разбавляют до 1000 мл ацетоном (п. 3.3.2).

Титр полученного раствора устанавливают по гексаметилентетрамину, как описано ниже.

Взвешивают с точностью до 0,1 мг около 150—170 мг гексаметилентетрамина (п. 3.3.1) в стакане (п. 3.4.3) вместимостью

100 мл, добавляют 30—40 мл ацетона (п. 3.3.2) и титруют, как описано в п. 3.5.2.

Примечание. Потемнение раствора не оказывает влияние на результат титрования.

Титр Т, выраженный в миллиграммах гексаметилентетрамина на миллилитр раствора, определяют по формуле

$$\frac{m_1}{V_2},$$

где $m_1$ — масса гексаметилентетрамина, мг;

$V_2$ — объем раствора хлорной кислоты, необходимый для снижения pH ниже нуля, мл.

*Рекомендуется титр раствора хлорной кислоты в ацетоне определять ежедневно.*

3.5.2. *Титрование*

В стакан вместимостью 100 мл взвешивают с точностью до 1 мг фенольную смолу в количестве, равном 100-кратному значению титра, определенного по п. 3.5.1, добавляют 30—40 мл ацетона (п. 3.3.2) и помещают магнитный стержень для перемешивания. Стакан помещают на магнитную мешалку (п. 3.4.1), вставляют стеклянный электрод pH-метра (п. 3.4.6) и включают мешалку и pH-метр.

Когда смола растворится, добавляют раствор хлорной кислоты, приготовленный по п. 3.5.1, медленно по каплям до тех пор, пока значение pH не упадет резко ниже нуля.

Так как смола растворяется в ацетоне быстрее, чем гексаметилентетрамин, значение pH может подняться выше нуля в результате продолжающегося процесса растворения гексаметилентетрамина. Титрование продолжают до тех пор, пока значение pH остается постоянным, незначительно ниже нуля.

3.6. Обработка результатов

Содержание гексаметилентетрамина, выраженное в процентах по массе, определяют по формуле

$$\frac{V_2 \cdot T \cdot 100}{m_0},$$

где $V_2$ — объем раствора хлорной кислоты, пошедший на титрование, мл;

$T$ — титр, выраженный в миллиграммах гексаметилентетрамина на миллилитр раствора хлорной кислоты, определенный по п. 3.5.1;

$m_0$ — масса испытуемой пробы, мг.

3.7. Число определений

Выполняют два определения. Если результаты отличаются более чем на 5%, испытание повторяют, выполняя снова два определения.

Вычисляют среднее арифметическое двух результатов.

## 4. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий стандарт и метод (метод Кьельдаля или метод с использованием хлорной кислоты);

б) полную идентификацию испытуемой смолы;

в) содержание гексаметилентетрамина, выраженное в процентах по массе:

отдельные результаты;

среднее арифметическое значение;

г) дату испытания.

gost.e-ecolog.ru