ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 50486— 2015 (ИСО 8988:2006)

Пластмассы

СМОЛЫ ФЕНОЛЬНЫЕ

Определение содержания гексаметилентетрамина

ISO 8988:2006
Plastics — Phenolic resins — Determination of hexamethylenetetramine content — Kjeldahl method, perchloric acid method and hydrochloric acid method
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ВНИИ СМТ) совместно с Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик», Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» и Открытым акционерным обществом «Институт пластмасс имени Г.С.Петрова» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык 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 19 ноября 2015 г. № 1869-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 8988:2006 «Пластмассы. Фенолоальдегидные смолы. Определение содержания гексаметилентетрамина. Метод Кьельдаля, метод перхлорной кислоты и метод соляной кислоты» (ISO 8988:2006 «Plastics — Phenolic resins — Determination of hexamethylenetetramine content — Kjeldahl method, perchloric acid method and hydrochloric acid method»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.5).

Дополнительные слова, фразы, показатели, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации выделены в тексте курсивом

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 50486—93 (ИСО 8988—89)

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 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 (www.gost.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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Пластмассы

СМОЛЫ ФЕНОЛЬНЫЕ

Определение содержания гексаметилентетрамина

Plastics. Phenolic resins. Determination of hexamethylenetetramine content

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает три метода определения содержания гексаметилентетрамина (уротропина) в фенольных смолах. Эти методы равноценны. Метод Кьельдаля, приведенный в разделе 3, не применяют, если в состав фенольной смолы входят компоненты, содержащие азот. Метод с использованием хлорной кислоты и метод с использованием соляной кислоты, описанные в разделах 4 и 5 соответственно, применяют только в случае, если в фенольной смоле не содержатся основные или кислотные добавки. Если в смоле содержатся примеси, которые могут окисляться хлорной кислотой, применим только метод с использованием соляной кислоты, приведенный в разделе 5.

Методы используют для изучения свойств фенольных смол при проведении научно-исследовательских работ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1381—73 Уротропин технический. Технические условия

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

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4171—76 Реактивы. Натрия сульфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5208—2013 Спирт бутиловый нормальный технический. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 19710—83 Этиленгликоль. Технические условия

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

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

ГОСТ Р 55878—2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

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

Издание официальное

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 Метод Кьельдаля

Предупреждение — В целях безопасности определение методом Кьельдаля следует проводить в вытяжном шкафу.

3.1 Общие указания

Настоящий раздел устанавливает метод определения суммарного азота в фенольных смолах в пересчете на гексаметилентетрамин. Метод применим, если массовая доля гексаметилентетрамина в фенольной смоле равна или более 0,5 %.

3.2 Сущность метода

Метод основан на разложении присутствующего в испытуемой пробе гексаметилентетрамина горячей концентрированной серной кислотой в присутствии катализатора и получении бисульфата аммония.

Бисульфат аммония затем вступает в реакцию с гидроокисью натрия с получением сульфата натрия и аммиака.

Аммиак отгоняют в раствор соляной кислоты.

Избыток соляной кислоты титруют стандартным титрованным раствором гидроокиси натрия в присутствии индикатора.

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 Кислота серная концентрированная *по ГОСТ 4204*.

3.3.2 Каталитическая смесь Кьельдаля, *содержащая* 97 г *натрия сульфата 10-водного по ГОСТ 4171*, *1,5 г меди (II) сернокислой 5-водной по ГОСТ 4165* и 1,5 г селена *по ГОСТ 10298*.

3.3.3 Натрия гидроокись *по ГОСТ 4328*, раствор с массовой долей 30 %.

3.3.4 Кислота соляная *по ГОСТ 3118*, раствор концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/*дм*^{3}.

3.3.5 Натрия гидроокись *по ГОСТ 4328*, титрованный раствор концентрации *c* (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

3.3.6 Смешанный индикатор, раствор.

Растворяют 60 мг метилового красного и 40 мг метиленового голубого в 100 см^3 этилового спирта *по ГОСТ Р 55878*.

3.3.7 Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

3.4 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также:

3.4.1 Колба Кьельдаля *по ГОСТ 25336* вместимостью 250 или *500 см*^{3} для процесса разложения *гексаметилентетрамина.*

3.4.2 Дистилляционный аппарат (промышленностью выпускаются различные модели).

3.4.3 Бюретка вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3 по ГОСТ 29251.

3.4.4 Весы, обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до третьего десятичного знака.

3.4.5 Гранулы карбида кремния *или стеклянные шарики* для равномерного кипения.

3.5 Проведение испытания

3.5.1 Разложение *гексаметилентетрамина*

В колбе Кьельдаля (3.4.1) взвешивают 1—2 г фенольной смолы, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до третьего десятичного знака.

Добавляют 5 г каталитической смеси (3.3.2) и 25 см^3 концентрированной серной кислоты (3.3.1). Осторожно нагревают содержимое колбы, пока цвет смеси в результате разложения не изменится от черного или янтарного до светлого. Когда смесь станет бесцветной, увеличивают скорость нагрева и нагревают еще в течение 5 мин до возможного кипения.

Охлаждают смесь примерно до комнатной температуры, не допуская загустевания.

Осторожно добавляют 100 см^3 воды и количественно переносят раствор, промывая водой (примерно 200 см^3) в колбу дистилляционного аппарата. Добавляют несколько гранул карбида кремния *или стеклянных шариков* (3.4.5) для равномерного кипения и две капли раствора смешанного индикатора (3.3.6) *или пять капель фенолфталеина (3.3.7).* Затем к раствору добавляют (примерно 100 см^3) раствора гидроокиси натрия (3.3.3) до получения щелочной реакции.

Перегоняют аммиак с водяным паром в приемник дистилляционного аппарата, содержащий 50 см^3 соляной кислоты (3.3.4). Продолжают проводить перегонку до тех пор, пока не будет собрано примерно 300 см^3 раствора.

3.5.2 Титрование

Закончив перегонку, добавляют к содержимому приемника несколько капель раствора смешанного индикатора (3.3.6) и титруют избыток соляной кислоты раствором гидроокиси натрия (3.3.5), используя бюретку (3.4.3).

3.6 Обработка результатов

Массовую долю гексаметилентетрамина w, %, вычисляют по формуле

$$w = \frac{0{,}35 \cdot (V_0 - V_1)}{m_0} \cdot 100 , \qquad (1)$$

где V_0 — объем соляной кислоты (3.3.4) в приемнике дистилляционного аппарата, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия (3.3.5), израсходованный на обратное титрование, см^3;

m_0 — масса испытуемой пробы, г.

3.7 Воспроизводимость

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

3.8 Число определений

Выполняют два определения. Если результаты отличаются более чем на 5 %, повторяют испытание, также выполняя два определения. Вычисляют среднеарифметическое значение двух отдельных результатов.

4 Метод с использованием хлорной кислоты

4.1 Общие указания

Настоящий раздел устанавливает метод определения гексаметилентетрамина в фенольных смолах прямым титрованием. На результаты определения оказывает влияние присутствие кислотных или щелочных добавок. В таких случаях рекомендуется применять метод Кьельдаля. Если присутствуют добавки, окисляющиеся хлорной кислотой, применяют метод с использованием соляной кислоты.

Метод применим, если массовая доля гексаметилентетрамина в фенольной смоле равна или более 0,3 %.

4.2 Сущность метода

Метод основан на определении одной из третичных аминогрупп гексаметилентетрамина в испытуемой пробе титрованием хлорной кислотой.

4.3 Реактивы

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

4.3.1 Гексаметилентетрамин [уротропин *марки С (высший сорт) или М по ГОСТ 1381].*

4.3.2 Ацетон, ч.д.а., *по ГОСТ 2603.*

4.3.3 Кислота хлорная, раствор с объемной долей 70 %.

Предупреждение — Хлорная кислота опасна в присутствии органических веществ, так как при избытке хлорной кислоты может произойти взрыв.

4.4 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура, а также:

4.4.1 Магнитная мешалка.

4.4.2 Автоматическая бюретка, номинальной вместимостью не менее 15 см^3 с ценой деления 0,1 см^3, с краном, изготовленным из политетрафторэтилена, *допускается использовать бюретку с ценой деления не более 0,1 см^3 по ГОСТ 29251.*

4.4.3 Стаканы вместимостью 100 см^3 *по ГОСТ 25336.*

4.4.4 Цилиндры вместимостью *10 и* 1000 см^3 *по ГОСТ 1770.*

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

4.4.6 pH-метр.

4.5 Проведение испытания

4.5.1 *Приготовление* и титрование раствора *хлорной* кислоты в ацетоне.

В цилиндр вместимостью 1000 см^3 (4.4.4) помещают 1000 см^3 ацетона (4.3.2), затем 8 см^3 раствора хлорной кислоты (4.3.3). Хорошо перемешивают. *Допускается 8 см^3 раствора хлорной кислоты (4.3.3) поместить в цилиндр вместимостью 1000 см^3 (4.4.4) и разбавить до 1000 см^3 ацетоном.*

Титр полученного раствора устанавливают по гексаметилентетрамину (4.3.1), как описано ниже.

В стакане вместимостью 100 см^3 (4.4.3) взвешивают от 150 до 170 мг гексаметилентетрамина (4.3.1), записывая результат взвешивания с точностью до первого десятичного знака. Добавляют от 30 до 40 см^3 ацетона (4.3.2) и титруют по 4.5.2.

Примечание — Потемнение раствора не оказывает влияния на результаты титрования.

Титр раствора T, мг/см^3, рассчитывают по формуле

$$T = \frac{m_1}{V_2}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса гексаметилентетрамина, мг;

V_2 — объем раствора хлорной кислоты, необходимый для снижения pH ниже нуля, *см^3*.

Рекомендуется определять титр раствора хлорной кислоты в ацетоне ежедневно.

4.5.2 Титрование

В стакане вместимостью 100 см^3 взвешивают фенольную смолу в количестве, равном 100-кратному значению титра, определенного по 4.5.1, записывая результат взвешивания (мг) с точностью до целого числа, добавляют от 30 до 40 см^3 ацетона (4.3.2) и помещают перемешивающий стержень магнитной мешалки. Устанавливают стакан на магнитную мешалку (4.4.1). Вставляют стеклянный электрод pH-метра (4.4.6) и включают мешалку и pH-метр.

Когда фенольная смола растворится, медленно по каплям добавляют раствор хлорной кислоты, приготовленный по 4.5.1, пока значение pH не упадет резко ниже нуля.

Так как смола растворяется в ацетоне быстрее гексаметилентетрамина, значение pH может подняться выше нуля в результате продолжающегося процесса растворения гексаметилентетрамина. Продолжают титрование до тех пор, пока значение pH не станет постоянным, незначительно ниже нуля.

4.6 Обработка результатов

Массовую долю гексаметилентетрамина w, %, вычисляют по формуле

$$w = \frac{V_2 T 100}{m_0}, \quad (3)$$

где V_2 — объем раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр, мг гексаметилентетрамина/см^3 раствора хлорной кислоты, определенный по 4.5.1;

m_0 — масса испытуемой пробы, мг.

4.7 Число определений

Выполняют два определения. Если результаты отличаются более чем на 5 %, повторяют испытание, также выполняя два определения. Вычисляют среднеарифметическое значение двух отдельных результатов.

5 Метод с использованием соляной кислоты

5.1 Назначение

Настоящий раздел устанавливает метод определения гексаметилентетрамина в фенольных смолах прямым титрованием с использованием соляной кислоты. На результаты определения оказывает влияние присутствие кислотных или щелочных добавок. В таких случаях рекомендуется применять метод Кьельдаля.

Метод применим, если массовая доля гексаметилентетрамина в фенольной смоле равна или более 0,3 %.

5.2 Сущность метода

В зависимости от растворимости смолы существуют два варианта:

Вариант А: Фенольную смолу растворяют в смеси бутанола с этиленгликолем и методом потенциометрического титрования раствором соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/дм^3 определяют содержание гексаметилентетрамина. Если в смоле содержатся добавки, нерастворимые в смеси растворителей, то для их растворения следует добавить ацетон.

Вариант В: Фенольную смолу растворяют в смеси ацетона и воды, и содержание гексаметилентетрамина определяют при помощи раствора соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 0,2 моль/*дм*^{3}.

5.3 Реактивы

При проведении анализа, если нет других указаний, используют реактивы только установленной аналитической чистоты, только дистиллированную воду по *ГОСТ 6709* или воду эквивалентной чистоты.

5.3.1 Смеси растворителей: бутанол *по ГОСТ 5208* и этиленгликоль *по ГОСТ 19710* в объемном соотношении 7 : 3 (вариант А) или ацетон и вода в объемном соотношении 9 : 1 (вариант В).

5.3.2 Кислота соляная, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, при растворении *смолы* при помощи смеси бутанола с этиленгликолем (5.3.1) (вариант А) или *кислота соляная, раствор концентрации c* (HCl) = 0,2 моль/дм^3, при растворении *смолы* при помощи смеси ацетона с водой (5.3.1) (вариант В).

5.3.3 Ацетон, ч.д.а., *по ГОСТ 2603*.

5.4 Аппаратура

5.4.1 Автоматический титратор.

5.4.2 Стаканы вместимостью 100 см^3 *по ГОСТ 25336*.

5.4.3 Весы, обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до третьего десятичного знака.

5.5 Проведение испытания

5.5.1 Вариант А

В стакане (5.4.2) взвешивают 1 г смолы, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до третьего десятичного знака, добавляют в стакан 50 см^3 смеси бутанола с этиленгликолем (5.3.1) и растворяют смолу при комнатной температуре. При необходимости проводят растворение только на теплой водяной бане (при температуре не более 40 °С).

Проводят потенциометрическое титрование раствором соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 0,10 моль/дм^3 (5.3.2) при помощи автоматического титратора (5.4.1).

5.5.2 Вариант Б

В стакане (5.4.2) взвешивают от 1,9 до 2,1 г смолы, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до третьего десятичного знака, добавляют в стакан 40 см^3 смеси ацетона с водой (см. 5.3.1) и растворяют смолу при комнатной температуре.

Проводят потенциометрическое титрование раствором соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 0,20 моль/*дм*^{3} при помощи автоматического титратора (5.4.1) (pH в точке эквивалентности составляет приблизительно 3,2).

5.6 Обработка результатов

Массовую долю гексаметилентетрамина, w, %, вычисляют по формулам:

- вариант А

$$w_A = \frac{1{,}4V}{m_0}100; \quad (4)$$

- вариант В

$$w_B = \frac{2{,}8V}{m_0}100, \quad (5)$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (вариант А) или раствора соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 0,2 моль/дм^3 (вариант В), израсходованный на титрование, *см*^{3};

m_0 — масса навески, г.

5.7 Число определений

Выполняют два определения. Если результаты отличаются более чем на 5 %, повторяют испытание, также выполняя два определения. Вычисляют среднеарифметическое значение двух отдельных результатов.

6 Протокол испытания

В протоколе испытания указывают:

a) ссылку на настоящий стандарт и используемый метод (метод Кьельдаля, метод с использованием хлорной кислоты или метод с использованием соляной кислоты);

b) информацию, необходимую для полной идентификации испытанной смолы;

c) массовую долю гексаметилентетрамина (%), а также:

- индивидуальные результаты,
- среднеарифметическое значение;

d) дату проведения испытания.

УДК 678.632.001.4:006.354 ОКС 83.080.10

Ключевые слова: пластмассы, фенольные смолы, гексаметилентетрамин, определение содержания, массовая доля, потенциометрическое титрование

Редактор *И.А. Косоруков*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.С. Самарина*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 35 экз. Зак. 4284.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

ЯЕДРБЛАВ-2015