

Изменение № 5 ГОСТ 18992—80 Дисперсия поливинилацетатная гомополимер-
ная грубодисперсная. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и
метрологии СССР от 28.10.91 № 1663

Дата введения 01.01.93

Вводную часть дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта яв-
ляются обязательными».

(Продолжение см. с. 96)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18992—80)

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.4.5: «5.4.5. Допускается определение показателя по приложению 5».

Пункт 5.5 дополнить абзацем: «Допускается определение массовой доли сухого остатка по приложению 4».

Стандарт дополнить приложениями — 4, 5:

(Продолжение см. с. 97)

**Определение сухого остатка при температуре 105 °С
МС ИСО 1625—77 Пластмассы. Водные дисперсии полимеров и
сополимеров. Определение сухого остатка при температуре 105 °С**

1. Цель и область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику определения сухого остатка водных дисперсий при температуре 105 °С.

Методика подходит для всех водных полимеров и сополимеров дисперсий, химически стабильных при температуре испытания и не содержащих другие летучие вещества, например, органические растворители.

Остаток непластифицированных водных полимерных и сополимерных дисперсий в основном состоит из полимера и сополимера и небольшого количества добавок-эмulsификаторов, защитных коллоидов и др.

Сухой остаток пластифицированных дисперсий содержит в себе пластификатор.

В условиях температуры и времени, установленных настоящим стандартом, в продукте не должно происходить никакой термической деградации, в противном случае следует использовать другие условия и точно указать их в отчете.

2. Принцип

Сушка в печи при температуре 105 °С в течение 1 ч испытуемого количества дисперсии, распределенной по поверхности в виде тонкого равномерного слоя, с последующим взвешиванием сухого остатка.

3. Аппарат

3.1. Аппарат для распределения и выпаривания

Очень важно равномерно распределить пленку толщиной 0,15 мм по поверхности, для чего можно использовать один из перечисленных ниже приборов.

3.1.1. Аппарат А (черт. 1, 2, 3).

Состоит из двух стеклянных тарелок диаметром 60 мм; одна из которых снабжена держателем для другой. Внутренние круговые поверхности тарелок должны быть совершенно плоские и гладкие.

3.1.2. Аппарат В

Куски алюминиевой фольги толщиной 0,1 мм прямоугольной формы размером 60×120 мм.

Примечание. Аппараты, описанные в пп. 3.1.1 и 3.1.2, рекомендуются для очень вязких дисперсий, потому что они способны размазывать пленку автоматически.

3.1.3. Аппарат С

Металлическая или стеклянная тарелка диаметром 70 мм с краем (минимальная высота 3 мм).

Примечание. Аппарат рекомендуется для очень жидких дисперсий, так как не допускает перелива.

3.2. Печь с естественной воздушной вентиляцией и контролируемой температурой (105±2) °С.

3.3. Сушилка, состоящая из подходящего осушителя, например, хлорида кальция или силикагеля.

3.4. Весы с точностью до 0,0001 г.

4. Ход определения

4.1. Использование аппарата А

4.1.1. Устройство (п. 3.1.1) (см. черт 3) помещают в печь (п. 3.2) с контролируемой температурой (105±2) °С. Через ~30 мин охлаждают в сушилке (п. 3.3) в течение ~30 мин и взвешивают с точностью до 0,0001 г.

(Продолжение см. с. 98)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18992—80).

4.1.2. С помощью стеклянной палочки или маленькой лопаточки наливают $(1+0,2)$ г дисперсии в центр нижней тарелки. Для удобства верхнюю тарелку снимают.

Верхнюю тарелку кладут на нижнюю, слегка прижав ее. Дисперсия, зажатая между тарелками, распределяется равномерно. Диаметр тарелок такой, что если в центр нижней тарелки налито указанное выше количество дисперсии, то перелива можно избежать.

Если дисперсия очень жидкая, проверяют, нет ли перелива.

Взвешивают все с точностью до 0,001 г.

4.1.3. Разделяют тарелки и подвешивают верхнюю на упор.

Все устройство помещают в печь при контролируемой температуре (105 ± 2) °С на $(60+5)$ мин.

4.1.4. Устройство вынимают из печи, помещают в эксикатор и охлаждают в течение ~ 30 мин.

Взвешивают с точностью до 0,0001 г (верхняя тарелка подвешена на упоре).

4.2. Использование аппарата В

4.2.1. В печь (п. 3.2) помещают прямоугольник из фольги (п. 3.1.2) на ~ 30 мин при контролируемой температуре (105 ± 2) °С. Охлаждают в эксикаторе (п. 3.3) в течение ~ 30 мин.

Взвешивают с точностью до 0,0001 г.

4.2.2. Прямоугольник складывают вдвое, чтобы получился квадрат, отмечают сгиб, затем раскрывают лист.

В центр одного квадрата наливают $(1,0+0,2)$ г испытуемой дисперсии, аккуратно складывают лист снова, и слегка прижимая пальцами, по возможности ровнее распределяют материал, не допуская его вытекания из наружных кромок.

Взвешивают с точностью до 0,0001 г.

4.2.3. Полностью раскрывают лист, помещают в печь с контролируемой температурой $(105+2)$ °С на $(60+5)$ мин.

4.2.4. Вынимают лист из печи, помещают в осушитель и охлаждают ~ 30 мин.

Взвешивают лист с точностью до 0,0001 г.

4.3. Использование аппарата С

4.3.1. Тарелку (п. 3.1.3) помещают в печь (п. 3.2) на ~ 30 мин с контролируемой температурой $(105+2)$ °С. Охлаждают в эксикаторе (п. 3.3) в течение 30 мин, затем взвешивают с точностью до 0,0001 г.

4.3.2. На тарелку наливают $(1,0+0,2)$ г дисперсии.

Быстро все взвешивают с точностью до 0,0001 г.

4.3.3. Дисперсию по возможности быстрее распределяют по всей поверхности тарелки.

4.3.4. Тарелку помещают в печь с контролируемой температурой $(105+2)$ °С на $(60+5)$ мин.

4.3.5. Тарелку вынимают из печи. Дисперсия должна быть распределена полностью. В противном случае желательно для проведения испытания использовать другой тип аппарата.

Охлаждают тарелку в эксикаторе (~ 30 мин).

4.3.6. Взвешивают тарелку с точностью до 0,0001 г.

5. Обработка результатов

5.1. Сухой остаток при 105 °С испытуемой дисперсии выражается в виде процентного отношения к первоначальной массе по формуле

$$\frac{m_1 \cdot 100}{m_0},$$

где m_0 — масса испытуемого количества дисперсии, г;

m_1 — масса сухого остатка, г.

5.2. Проведение двух определений

(Продолжение см. с. 99)

Результаты должны согласоваться в пределах 0,5 % от абсолютного значения. В противном случае следует проводить дополнительные определения до тех пор, пока два последовательных результата не удовлетворят этому условию.

5.3. В качестве окончательного результата принимают среднее результатов этих определений.

6. Запись испытания

В отчет по испытанию следует включить:

- характеристику испытуемого продукта;
- используемый аппарат (А, В, С или другой);
- сухой остаток.

Аппарат А

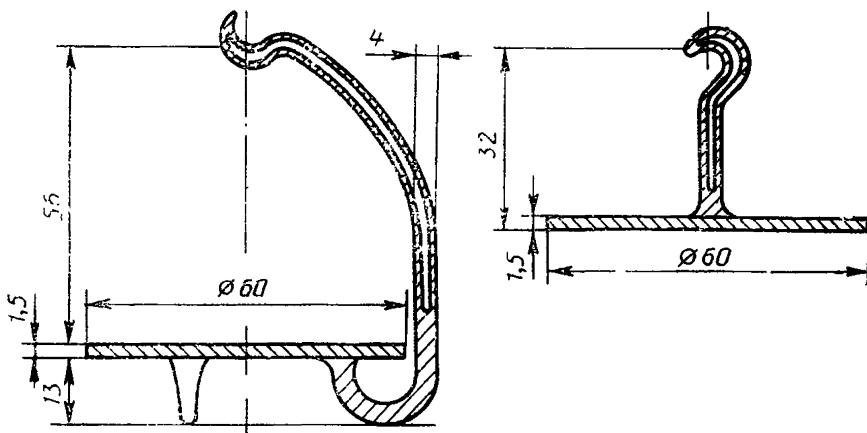


Рис. 1. Нижняя стеклянная тарелка

Рис. 2. Верхняя стеклянная тарелка

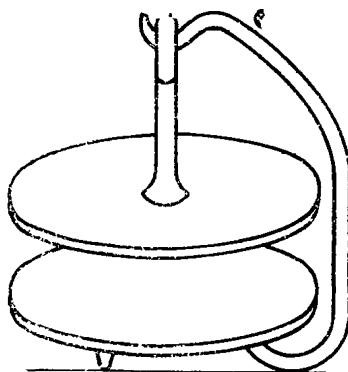


Рис. 3. Расположение тарелок

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМНОГО ЧИСЛА

МС ИСО 3499—76 «Пластмассы. Дисперсии водные гомополимеров и сополимеров винилацетата

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения бромного числа водных дисперсий гомополимеров и сополимеров винилацетата.

П р и м е ч а н и е. В некоторых случаях, когда этот метод применяют к немодифицированным дисперсиям гомополимеров винилацетата, можно рассчитывать также и остаточное содержание мономера (п. 7, примечание).

2. Определение

Бромное число — количество граммов свободного брома (Br), израсходованное в условиях испытания для 100 г пробы.

3. Сущность метода

Сущность метода заключается в бромировании остаточного винилацетата и других присутствующих веществ, которые подвергаются бромированию обработкой пробы в растворе кислоты с избытком раствора бромат-бромида калия.

Определение излишков брома при добавлении раствора йодистого калия и титрование освободившегося йода стандартным титрованным раствором тиосульфата натрия. Расчет бромного числа.

4. Реактивы

Для анализов используют только реактивы установленной аналитической чистоты и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. М е т а н о л

4.2. К и с л о т а с о л я н а я ($Q = 1,18 \text{ г/см}^3$).

4.3. Раствор бромат-бромида калия: 5,6 г бромата калия и 25 г бромида калия растворяют приблизительно в 500 мл воды в мерной колбе вместимостью 1000 мл. Разбавляют водой до метки.

П р и м е ч а н и е. Вместо раствора бромат-бромида калия можно использовать бромную воду.

4.4. К а л и й й о д и с т ы й, р а с т в о р 200 г/дм^3

4.5. Тиосульфат натрия, стандартный титрованный 0,2 н. раствор.

5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 5.1—5.3.

5.1. Колбы конические вместимостью 500 см^3 со шлифованными притертыми стеклянными пробками.

5.2. Бюретки вместимостью 25 см^3 , градуированные, с делениями по $0,05 \text{ см}^3$ со стеклянными шлифованными колпачками.

5.3. Весы с точностью взвешивания до 0,01 г.

6. Проведение испытания

6.1. Определение

Пробу массой 7—9 г, взятую для испытания, помещают в коническую колбу и взвешивают с точностью до 0,01 г.

Добавляют 50 см^3 воды, тщательно перемешивают и добавляют 200 мл метанола (п. 4.1).

Добавляют 40 см^3 соляной кислоты (п. 4.2), вставляют притертую пробку, колбу тщательно встряхивают, чтобы перемешать содержимое. Бюреткой (п. 5.2) добавляют достаточное количество раствора бромата-бромида (п. 4.3),

(Продолжение см. с. 101)

пока не появится устойчивая желтая окраска. Продолжают добавлять раствор, чтобы количество его в миллилитрах составляло целое число.

Колбу плотно закрывают пробкой, и реакция продолжается в течение 2 мин.

В колбу добавляют 5 см³ раствора йодистого калия. Снова закрывают колбу для предотвращения потери брома, встряхивают ее, и реакция продолжается еще 1 мин.

Полученный йод титруют стандартным титрованным раствором тиосульфата натрия до тех пор, пока не исчезнет окраска.

П р и м е ч а н и е. Конец титрования определяют потенциометрически. Этот метод представляет особую ценность, если конец титрования выражен нечетко.

В этих же условиях проводят второе определение.

6.2. Контрольный опыт

Контрольный опыт проводят, используя те же количества реагентов, тот же объем раствора бромат-бромида калия, ранее установленный во время определения, но без опытной пробы.

7. Выражение результатов

7.1. Метод расчета

Бромное число (NBг) дисперсии вычисляют по формуле

$$\frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 80 \cdot 100}{1000 \cdot m} = \frac{8T(V_1 - V_2)}{m},$$

где V_1 — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия для контрольного опыта, см³;

V_2 — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия для определения, см³;

T — нормальность стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия (обычно 0,2 н.);

m — масса пробы, г.

Результаты выражают с точностью до 0,1.

П р и м е ч а н и е. Если метод применяют для немодифицированных дисперсий гомополимеров винилацетата, содержание остаточного мономера в процентах от массы вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 102)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18992—80)

$$\frac{(V_1 - V_2)T \cdot 86 \cdot 100}{1000 \cdot 2m} = \frac{4,3 \cdot T(V_1 - V_2)}{m},$$

где V_1 , V_2 , T и m — имеют те же определения, что и в предыдущей формуле.

7.2. Воспроизводимость

Результаты испытаний, проводимых девятью лабораториями на семи дисперсиях, указаны в таблице.

Дисперсия	Бромное число	
	Среднее	Стандартное отклонение
A	0,65	0,02
B	0,61	0,04
C	0,65	0,04
D	0,19	0,04
E	0,44	0,04
F	1,02	0,02
G	0,20	0,04

8. Протокол испытания

В протокол испытания включают следующие данные:

- а) условные обозначения испытуемой водной дисперсии;
- б) ссылку на настоящий международный стандарт;
- в) результаты и метод выражения бромного числа и остаточного содержания мономера;
- г) все непредвиденные обстоятельства, замеченные во время испытания;
- д) любые действия, не включенные в настоящий международный стандарт или рассматриваемые как произвольные

(ИУС № 1 1992 г.)