
**Пластмассы. Эпоксидные смолы.
Определение содержания хлора.**

**Часть 1.
Неорганический хлор**

*Plastics – Epoxy resins – Determination of chlorine content -
Part 1: Inorganic chlorine*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21627-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93060d-8f65-48a2-b197-307a13b8c03e/iso-21627-1-2009>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 21627-1:2009(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21627-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93060d-8f65-48a2-b197-307a13b8c03e/iso-21627-1-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93060d-8f65-48a2-b197-307a13b8c03e/iso-21627-1-2009>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.ch

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Сущность метода	1
5 Реактивы	2
6 Аппаратура	3
7 Проведение испытания	3
8 Обработка результатов	3
9 Прецизионность	4
10 Протокол испытания	4
Библиография	5

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21627-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93060d-8f65-48a2-b197-307a13b8c03e/iso-21627-1-2009>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 3 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких бы то ни было или всех подобных патентных прав.

ISO 21627-1 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 12, *Термопластичные материалы*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 21627-1:2002) после технического пересмотра.

ISO 21627 включает следующие части под общим заголовком *Пластмассы. эпоксидные смолы*.
Определение содержания хлора:

- *Часть 1. Неорганический хлор*
- *Часть 2. Легко омыляемый хлор*
- *Часть 3. Общий хлор*

Введение

В производстве эпоксидных смол на основе эпихлоргидрина могут образоваться примеси, содержащие хлор. Эти примеси показаны ниже. Поскольку они могут влиять на конечные свойства отвержденных смол, их образование необходимо контролировать. Химическая активность различных примесей очень разная, поэтому для их анализа требуются разные методы.

ISO 21627 устанавливает методы для определения таких органических и неорганических хлоридов, которые возникают как примеси в эпоксидных смолах на основе эпихлоргидрина:

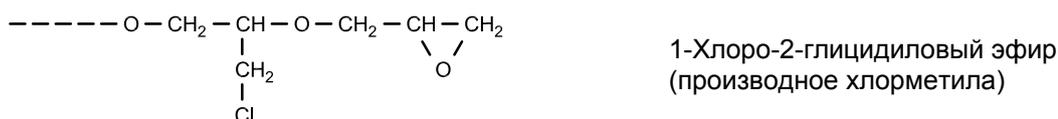
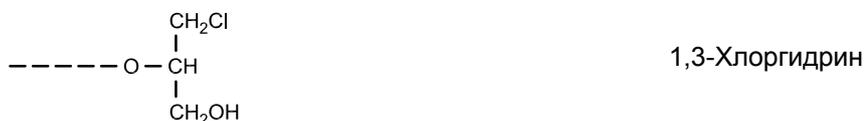
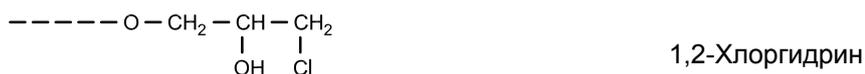
- Часть 1. Неорганический хлор (также называемый ионный хлор).
- Часть 2. Легко омыляемый хлор, состоящий, главным образом, из хлора, который присутствует как 1,2-хлоргидрин в результате неполного дегидрогалогенирования.
- Часть 3. Общий хлор, включающий, главным образом, весь омыляемый органический хлор, например, 1,2-хлоргидрин, 1,3-хлоргидрин и 1-хлор-2-глицидиловый эфир (производное хлорметила), которые являются продуктами неполного дегидрогалогенирования, наряду с неорганическим хлором, присутствующим в анализируемой пробе эпоксидной смолы.

Поскольку цели Частей 1 - 3 ISO 21627 различаются, рекомендуется выбрать один из этих методов, в зависимости от примесей, которые необходимо измерить.

Для методов анализа примесей, кроме указанных ниже, см. ISO 4615.

Ниже показаны обычные виды примесей органического и неорганического хлора:

Cl^- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d93060d-8f65-48a2-b197-307a13b8c03e/iso-21627-1-2009> Неорганический хлор (или ионный хлор)



Пластмассы. Эпоксидные смолы. Определение содержания хлора.

Часть 1. Неорганический хлор

ЗАЯВЛЕНИЕ ПО БЕЗОПАСНОСТИ — Лица, пользующиеся данным документом, должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий документ не ставит цели рассмотреть все вопросы, касающиеся безопасности, в связи с применением данного стандарта. Пользователь сам несет ответственность за разработку соответствующих правил по безопасности и охране здоровья, а также за обеспечение соответствия требованиям регламентов.

1 Область применения

Настоящая часть ISO 21627 устанавливает прямой потенциометрический метод для определения неорганического хлора в эпоксидных смолах, называемого также “ионным хлором”.

Содержание неорганического хлора выражается в миллиграммах на килограмм эпоксидной смолы.

2 Нормативные ссылки

Следующие ниже стандарты являются обязательными для применения настоящего документа. В отношении жестких ссылок действительно только приведенное издание. В отношении плавающих ссылок действует последнее издание (включая любые изменения).

ISO 3696:1987, *Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

3.1

неорганический хлор

ионный хлор

inorganic chlorine

ionic chlorine

количество хлора, присутствующего в смоле в форме Cl^-

4 Сущность метода

Навеску для анализа растворяют в подходящем растворителе и неорганический хлор определяют методом потенциометрического титрования стандартизованным раствором нитрата серебра.

5 Реактивы

В процессе анализа используют только реактивы признанной аналитической чистоты и воду класса чистоты 3 в соответствии с ISO 3696:1987, или выше.

5.1 Ацетон.

В некоторых случаях ацетон может не растворять смолу. В таких случаях используют бутанон (метилэтилкетон) или THF (тетрагидрофуран) или другой подходящий растворитель и указывают использованный растворитель в протоколе испытания.

5.2 2-Пропанол.

5.3 Ледяная уксусная кислота.

5.4 Раствор нитрата серебра в 2-пропаноле, концентрацией 0,002 моль/л.

5.4.1 Приготовление

Растворяют 17 г нитрата серебра в воде и доводят до 1 л (0,1 моль/л). Помещают 20 мл этого водного раствора нитрата серебра концентрацией 0,1 моль/л в мерную колбу вместимостью 1 л и доводят до 1 л 2-пропанолом (5.2).

5.4.2 Стандартизация

Взвешивают, с точностью до 0,1 мг, от 115 мг до 120 мг хлорида натрия, предварительно просушенного при температуре от 500 °С до 600 °С, растворяют его в воде и доводят до 1 л. Пипеткой отбирают 5 мл этого раствора в химический стакан вместимостью 200 мл и добавляют 100 мл ацетона (5.1) и 2 мл ледяной уксусной кислоты (5.3). Затем выполняют потенциометрическое титрование раствором нитрата серебра, приготовленным в 5.4.1.

Выполняют холостой опыт таким же образом, но без хлорида натрия.

5.4.3 Расчет концентрации

Рассчитывают концентрацию, до трех значащих цифр, по следующей формуле:

$$c_1 = \frac{0,005 \times m}{58,5 \times (V - V_0)}$$

где

c_1 концентрация раствора нитрата серебра, выраженная в молях на литр (моль/л);

m масса использованного хлорида натрия, выраженная в миллиграммах (мг);

58,5 грамм-эквивалент хлорида натрия (г/моль);

V объем раствора нитрата серебра, использованного в титровании, выраженный в миллилитрах (мл);

V_0 объем раствора нитрата серебра, использованного в холостом опыте, выраженный в миллилитрах (мл).

5.4.4 Хранение

Раствор нитрата серебра хранят в бутылки из темного (коричневого) стекла в темном месте.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также следующее:

- 6.1 Аппарат для потенциометрического титрования**, включающий потенциометр, оснащенный системой электродов: стеклянный и хлорсеребряный электроды, штатив для титрования и микробюретка на 10 мл.
- 6.2 Аналитические весы**, точностью до 0,1 мг.
- 6.3 Химический стакан**, вместимостью 200 мл.
- 6.4 Стеклянный мерный цилиндр**, вместимостью 100 мл.
- 6.5 Пипетки**, вместимостью 1 мл, 2 мл и 5 мл.
- 6.6 Магнитная мешалка**, с якорем с покрытием из ПТФЭ (PTFE (политетрафторэтилен)).

7 Проведение испытания

7.1 Берут навеску с точностью до 0,1 мг, 10 г пробы в химический стакан вместимостью 200 мл (6.3). Добавляют 100 мл ацетона (5.1) и растворяют анализируемую пробу при комнатной температуре с помощью магнитной мешалки (6.6).

7.2 Добавляют 2 мл воды и 1 мл ледяной уксусной кислоты (5.3).

7.3 Помещают стакан на штатив для титрования (см. 6.1) и регулируют его положение таким образом, чтобы электроды (см. 6.1) были погружены примерно наполовину. Наполняют микробюретку раствором нитрата серебра концентрацией 0,002 моль/л (5.4), затем устанавливают микробюретку на штативе для титрования, так чтобы кончик микробюретки располагался примерно на 10 мм ниже поверхности жидкости в стакане. Регулируют скорость вращения мешалки, чтобы получить энергичное перемешивание без разбрызгивания. Записывают начальное показание бюретки и прибора (потенциал ячейки).

7.4 Добавляют небольшими порциями раствор нитрата серебра и спустя некоторое время, пока потенциал установится на постоянном значении, регистрируют показания бюретки и прибора. На участках между точками перегиба, где изменение потенциала незначительно для каждого добавления раствора нитрата серебра, добавляют порции объемом до 0,1 мл. Когда скорость изменения потенциала ячейки превысит 5 мВ на 0,02 мл, уменьшают порции раствора нитрата серебра до 0,02 мл и меньше.

7.5 Продолжают титрование, пока скорость изменения потенциала ячейки снова не станет ниже 2 мВ на 0,02 мл раствора нитрата серебра. Выливают титрованный раствор, тщательно промывают электроды водой, вытирают их сухой тканью и слегка полируют шкуркой. Между титрованиями электроды держат погруженными в воду.

7.6 Наносят на график суммарные объемы добавленного раствора нитрата серебра против потенциала ячейки. В качестве конечной точки берут середину самой крутой части кривой (точка перегиба). Считывают по графику с точностью до 0,01 мл объем раствора нитрата серебра, требующийся для достижения конечной точки.

7.7 Выполняют холостой опыт одновременно с определением, по той же методике.

8 Обработка результатов

Рассчитывают содержание неорганического хлора в пробе по следующей формуле:

$$w_1(\text{Cl}^-) = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times 35,5 \times 1000}{m_0}$$

где

$w_1(\text{Cl}^-)$ содержание неорганического хлора в пробе, выраженное в миллиграммах на килограмм (мг/кг);

V_1 объем раствора нитрата серебра (5.4), использованного для титрования анализируемой пробы, выраженный в миллилитрах (мл);

V_2 объем раствора нитрата серебра, использованный в холостом опыте, выраженный в миллилитрах (мл);

c_1 концентрация раствора нитрата серебра, рассчитанная согласно 5.4.3 (моль/л);

35,5 грамм-эквивалент хлора (г/моль);

m_0 масса анализируемой пробы, выраженная в граммах (г).

Результат округляют до первого знака после запятой.

9 Прецизионность

Прецизионность данного метода была определена в ходе межлабораторного эксперимента, в котором приняли участие 10 лабораторий и три уровня концентраций. Эксперимент был организован и результаты проанализированы в соответствии с ISO 5725-2. Данные от всех 10 лабораторий включали выбросы. Эти выбросы были исключены при расчете стандартного отклонения повторяемости и стандартного отклонения воспроизводимости.

Таблица 1 — Прецизионность метода

Содержание неорганического хлора, $w_1(\text{Cl}^-)$ мг/кг	Повторяемость, s_r	Воспроизводимость, s_R
$w_1(\text{Cl}^-) < 1$	0,05	0,13
$1 \leq w_1(\text{Cl}^-) < 3$	0,14	0,27
$3 \leq w_1(\text{Cl}^-) \leq 5$	0,25	0,55
s_r стандартное отклонение повторяемости (внутри лаборатории);		
s_R стандартное отклонение воспроизводимости (между лабораториями).		

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- ссылку на данную часть ISO 21627, т.е. ISO 21627-1;
- все детали, необходимые для идентификации пробы;
- использованный растворитель, если отличается от указанного в 5.1 (ацетон);
- результаты испытания;
- дату проведения анализа;
- всю другую необходимую информацию.