

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO
21627-2

Второе издание
2009-09-15

Пластмассы. Эпоксидные смолы. Определение содержания хлора.

Часть 2. Легкоомыляемый хлор

*Plastics – Epoxy resins – Determination of chlorine content -
Part 2: Easily saponifiable chlorine*

ISO 21627-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dc24e4d-a6c5-482e-a6ee-25497d5e5879/iso-21627-2-2009>

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



Ссылочный номер
ISO 21626-2:2009(R)

© ISO 2009

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 21627-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dc24e4d-a6c5-482e-a6ee-25497d5e5879/iso-21627-2-2009>



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	2
5 Реактивы	2
6 Аппаратура	3
7 Проведение испытания	4
8 Выражение результатов	5
9 Прецизионность	5
10 Протокол испытания	5
Библиография	6

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21627-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dc24e4d-a6c5-482e-a6ee-25497d5e5879/iso-21627-2-2009>

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 2, 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 21627-2 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 12, *Термопластичные материалы*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 21627-2:2002) 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*

Пластмассы. Эпоксидные смолы. Определение содержания хлора.

Часть 2. Легко омыляемый 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 метод определения легко омыляемого хлора в эпоксидных смолах.

Содержание легко омыляемого хлора представляет собой количество такого хлора в данном количестве эпоксидной смолы.

Полученные значения показывают концентрацию легко омыляемого хлора в хлоргидриновых группах в смоле.

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*

ISO 21627-1, *Пластмассы. Эпоксидные смолы. Определение содержания хлора. Часть 1. Неорганический хлор*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

3.1

легко омыляемый хлор
easily saponifiable chlorine

количество хлора, омыляемого в данном методе, включающее, главным образом, хлор, присутствующий в форме 1,2-хлоргидрина в результате неполного дегидрогалогенирования

4 Сущность метода

Эпоксидные смолы, за исключением сложных глицидиловых эфиров, вступают в реакцию с раствором NaOH при комнатной температуре в 2-бутоксизтаноле.

Сложные глицидиловые эфиры вступают в реакцию с раствором NaOH при температуре 50 °C в метаноле.

Смесь подкисляют и определяют концентрацию хлорид-ионов, полученных при омылении, методом потенциометрического титрования стандартизованным раствором нитрата серебра. Вводят поправку на содержание неорганического хлора в пробе, определенного методом, установленным в ISO 21627-1.

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 Ледяная уксусная кислота.

5.2 2-Бутоксизтанол (этиленгликоль-монобутиловый эфир), держат в бутылки из темного стекла в темном месте.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — 2-Бутоксизтанол токсичен. Необходимо избегать вдыхания паров. Не допускать попадания в глаза и на кожу. Работать в вытяжном шкафу или в хорошо проветриваемом помещении. Предельно допустимое содержание в объемных долях составляет 5×10^{-5} .

5.3 2-Бутанон (метилэтилкетон).

5.4 Метанол. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8dc24e4d-a6c5-482e-a6ee-25497d5e5879/iso-21627-2-2009>

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Метанол - яд. Необходимо избегать вдыхания паров. Не допускать попадания в глаза и на кожу. Работать в вытяжном шкафу или в хорошо проветриваемом помещении.

5.5 Гидроксид натрия, раствор концентрацией 120 г/л

— в 2-бутоксизтаноле (для эпоксидных смол);

— в метаноле (для глицидиловых эфиров).

Растворяют 120 г гидроксида натрия в 75 воды плюс достаточное количество 2-бутоксизтанола (5.2) или метанола (5.4) для достижения полного растворения. Охлаждают и доводят до 1 л таким же растворителем.

5.6 Ацетон.

5.7 Раствор нитрата серебра, концентрацией 0,01 моль/л.

5.7.1 Приготовление

Растворяют 1,7 г нитрата серебра в воде и доводят до 1 л.

5.7.2 Стандартизация

Взвешивают, с точностью до 0,1 мг, 584 мг хлорида натрия, предварительно просушенного при

температуре от 500 °С до 600 °С, и растворяют в 1 л воды.

Пипеткой отбирают 5 мл этого раствора в химический стакан вместимостью 200 мл и добавляют 100 мл ацетона (5.6) и 2 мл ледяной уксусной кислоты (5.3). Затем выполняют потенциометрическое титрование раствором нитрата серебра, приготовленным в 5.7.1.

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

5.7.3 Расчет концентрации

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

$$c_2 = \frac{0,005 \times m}{58,5 \times (V - V_0)}$$

где

c_2 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).

5.7.4 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 Мерная колба, вместимостью 1 л.

6.5 Пипетки, вместимостью 2 мл, 5 мл и 25 мл.

6.6 Стеклянный мерный цилиндр, вместимостью 100 мл.

6.7 Водяная баня, которую можно поддерживать при температуре 50 °С.

6.8 Коническая колба, вместимостью 200 мл с притертой пробкой.

6.9 Обратный холодильник.

6.10 Магнитная мешалка, с якорем с покрытием из ПТФЭ (PTFE (политетрафторэтилен)).

7 Проведение испытания

7.1 Эпоксидные смолы

7.1.1 Берут навеску, с точностью до 0,1 мг, анализируемой пробы, содержащей не более 1,78 мг легко омыляемого хлора и помещают в химический стакан (6.3). Пипеткой переносят 25 мл 2-бутоксизанола (5.2) в этот стакан и растворяют анализируемую пробу с использованием магнитной мешалки (6.10) и, если необходимо, при нагревании. Охлаждают раствор до комнатной температуры и переносят пипеткой 25 мл раствора гидроксида натрия в 2-бутоксизаноле (см. 5.5) в стакан. Тщательно перемешивают, накрывают стакан и выдерживают реакционную смесь при комнатной температуре в течение 2 ч.

7.1.2 Для целей контроля качества допускается сократить время омыления до 30 мин, если результаты получаются аналогичные. Это необходимо указать в протоколе испытания.

7.1.3 Добавляют 100 мл 2-бутанона (5.3) и 25 мл уксусной кислоты (5.1) в смесь при помешивании. Перемешивают еще в течение нескольких минут, пока весь осадок, образовавшийся при добавлении уксусной кислоты, не растворится.

7.1.4 Погружают электроды (см. 6.1) в испытательный раствор и титруют потенциметрически раствором нитрата серебра (5.7).

Важно выполнять титрование как можно быстрее после добавления уксусной кислоты, в противном случае можно получить заниженные значения.

7.1.5 Выполняют холостой опыт одновременно с определением по той же методике и с теми же реактивами, но без анализируемой пробы.

Если обнаружено, что на титрование требуется менее 1 мл раствора нитрата серебра (также как и для холостого опыта), повторяют испытание с объемом 1 мл, точно отмеренным, раствора хлорида калия концентрацией 0,01 моль/л, добавленным в испытательный раствор (и также в раствор холостого опыта) перед титрованием. Титруют сразу же после добавления раствора хлорида калия.

7.1.6 Определяют содержание неорганического хлора в пробе по методу, установленному в ISO 21627-1.

7.2 Глицидиловые эфиры

7.2.1 Сложные глицидиловые эфиры необходимо предварительно обработать одним из следующих двух методов:

- a) метод А, используя стакан;
- b) метод В, используя коническую колбу с обратным холодильником.

ПРИМЕЧАНИЕ Метод В является предпочтительным ввиду безопасности и гигиеничности.

7.2.2 Метод А: Берут навеску, с точностью до 0,1 мг, анализируемой пробы, содержащей не более 1,78 мг легко омыляемого хлора и помещают в химический стакан (6.3). Пипеткой добавляют 25 мл раствора гидроксида натрия в метаноле (см. 5.5) в стакан и растворяют анализируемую пробу с использованием магнитной мешалки (6.10). накрывают стакан и выдерживают стакан с реакционной смесью на водяной бане (6.7) при температуре 50 °С в течение 2 ч.

7.2.3 Метод В: Берут навеску, с точностью до 0,1 мг, анализируемой пробы, содержащей не более 1,78 мг легко омыляемого хлора и помещают в коническую колбу (6.8). Пипеткой добавляют 25 мл раствора гидроксида натрия в метаноле (см. 5.5) в стакан и растворяют анализируемую пробу с использованием магнитной мешалки (6.10). Присоединяют обратный холодильник (6.9) к колбе и выдерживают колбу с реакционной смесью на водяной бане (6.7) при температуре 50 °С в течение 2 ч.