



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
52021—  
2015

# СМОЛЫ И СОЕДИНЕНИЯ ЭПОКСИДНЫЕ

## Методы определения массовой доли хлора

ISO 21627-1:2009

Plastics — Epoxy resins — Determination of chlorine content —  
Part 1: Inorganic chlorine  
(MOD)

ISO 21627-2:2009

Plastics — Epoxy resins — Determination of chlorine content —  
Part 2: Easily saponifiable chlorine  
(MOD)

ISO 21627-3:2009

Plastics — Epoxy resins — Determination of chlorine content —  
Part 3: Total chlorine  
(MOD)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2016



## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «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 аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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 24 ноября 2015 г. № 1953-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к следующим международным стандартам:

ИСО 21627-1:2009 «Пластмассы. Эпоксидные смолы. Определение содержания хлора. Часть 1. Неорганический хлор» (ISO 21627-1:2009 «Plastics — Epoxy resins — Determination of chlorine content — Part 1: Inorganic chlorine»);

ИСО 21627-2:2009 «Пластмассы. Эпоксидные смолы. Определение содержания хлора. Часть 2. Легкоомыляемый хлор» (ISO 21627-2:2009 «Plastics — Epoxy resins — Determination of chlorine content — Part 2: Easily saponifiable chlorine»);

ИСО 21627-3:2009 «Пластмассы. Эпоксидные смолы. Определение содержания хлора. Часть 3. Общий хлор» (ISO 21627-3:2009 «Plastics — Epoxy resins — Determination of chlorine content — Part 3: Total chlorine»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименований указанных международных стандартов для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

В стандарт добавлены общие требования по проведению испытаний (раздел 4), а также метод определения массовой доли неорганического хлора и омыляемого хлора (раздел 8), применяемый в Российской Федерации для контроля качества эпоксидных смол и эпоксидных соединений.

Дополнительные фразы, слова и нормативные ссылки, включенные в текст разделов 1—7 настоящего стандарта, выделены курсивом

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 52021—2003 (ИСО 11376—97, ИСО 13561—96)

*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](http://www.gost.ru))*

© Стандартиформ, 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



## СМОЛЫ И СОЕДИНЕНИЯ ЭПОКСИДНЫЕ

## Методы определения массовой доли хлора

Epoxy resins and related materials. Methods for determination of chlorine mass fraction

Дата введения — 2017—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на эпоксидные смолы и эпоксидные соединения и устанавливает методы определения содержания неорганического хлора (иона хлора), легкоомыляемого хлора и общего хлора, а также массовой доли неорганического хлора (иона хлора) и омыляемого хлора.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия  
ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. 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 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия  
ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.  
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия  
ГОСТ 4459—75 Реактивы. Калий хромовокислый. Технические условия  
ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе  
ГОСТ 5009—82 Шкурка шлифовальная тканевая. Технические условия  
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия  
ГОСТ 6995—77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия  
ГОСТ 7221—2014 Полосы из золота, серебра и сплавов на их основе. Технические условия  
ГОСТ 7222—2014 Проволока из золота, серебра и сплавов на их основе. Технические условия  
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия  
ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия  
ГОСТ 10164—75 Реактивы. Этиленгликоль. Технические условия  
ГОСТ 10455—80 Реактивы. 1,4-Диоксан. Технические условия  
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия  
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры  
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования  
ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов  
ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний  
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой  
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования



**П р и м е ч а н и е** — 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 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 неорганический хлор:** Хлор, присутствующий в эпоксидной смоле *или эпоксидном соединении* в форме иона хлора  $\text{Cl}^-$ .

**3.2 легкоомыляемый хлор:** Хлор, присутствующий в эпоксидной смоле *или эпоксидном соединении* и определяемый методом, указанным в разделе 6, и присутствующий в эпоксидной смоле *или эпоксидном соединении* преимущественно в форме 1,2-хлоргидрина в результате неполного дегидрогалогенирования.

**3.3 общий хлор:** Хлор, присутствующий в эпоксидной смоле *или эпоксидном соединении* и определяемый методом, указанным в разделе 7, включающий весь омыляемый органический хлор, например 1,2-хлоргидрин, 1,3-хлоргидрин и 1-хлор-2-глицидициловый эфир, которые образуются в результате неполного дегидрогалогенирования, а также неорганический хлор, присутствующий в эпоксидной смоле *или эпоксидном соединении*.

**3.4 омыляемый хлор:** Хлор, присутствующий в эпоксидной смоле *или эпоксидном соединении* и определяемый методом, указанным в 8.2, за исключением неорганического хлора, определяемого методом, указанным в 8.1.

### 4 Общие требования

4.1 Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025.

4.2 Для проведения испытаний используют реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

4.3 При применении методов, установленных настоящим стандартом, следует соблюдать инструкции по технике безопасности, утвержденные в установленном порядке.

4.4 Допускается применять другие средства измерений с метрологическими характеристиками и испытательное оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже, чем предусмотренные настоящим стандартом.

Все используемые средства измерений должны быть включены в Государственный реестр средств измерений и быть поверены в установленном порядке.

### 5 Метод определения массовой доли неорганического хлора

#### 5.1 Сущность метода

Метод заключается в растворении испытуемой пробы и потенциометрическом титровании полученного раствора раствором азотнокислого серебра.

#### 5.2 Реактивы

5.2.1 Ацетон по ГОСТ 2603 *или другой растворитель, обеспечивающий полное растворение пробы.*

5.2.2 Спирт изопропиловый абсолютированный по ГОСТ 9805.

5.2.3 Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

5.2.4 Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

5.2.5 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, раствор концентрации 0,002 моль/дм<sup>3</sup> в изопропиловом спирте.

##### 5.2.5.1 Приготовление

Растворяют примерно 17,0000 г азотнокислого серебра в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup> (0,1 моль/дм<sup>3</sup>). Помещают 20 см<sup>3</sup> полученного водного раствора



азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup> изопропиловым спиртом (5.2.2).

#### 5.2.5.2 Определение точной концентрации

Взвешивают 115,0—120,0 мг хлористого натрия (5.2.4), предварительно прокаленного при температуре от 500 °С до 600 °С, растворяют навеску в воде и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup>. Пипеткой отбирают 5 см<sup>3</sup> полученного раствора в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> ацетона (5.2.1), 2 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты (5.2.3) и титруют потенциометрическим методом раствором азотнокислого серебра, приготовленным по 5.2.5.1.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт без хлористого натрия.

#### 5.2.5.3 Вычисление концентрации

Концентрацию раствора азотнокислого серебра  $c_1$ , моль/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле, округляя результат до третьего десятичного знака

$$c_1 = \frac{0,005m}{58,5(V - V_0)}, \quad (1)$$

где  $m$  — масса хлористого натрия, мг;

58,5 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

$V$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный в контрольном опыте, см<sup>3</sup>.

#### 5.2.5.4 Хранение

Раствор азотнокислого серебра хранят в сосуде из темного (коричневого) стекла в темном месте.

### 5.3 Аппаратура, средства измерений и материалы

5.3.1 Аппаратура для потенциометрического титрования, включающая потенциометр, оснащенный стеклянным (*вспомогательным*) и хлорсеребряным (*измерительным*) электродами, титровальную установку и бюретку вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251, допускается использовать бюретку вместимостью не менее 25 см<sup>3</sup> с погрешностью измерения не более ±0,05 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251.

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

5.3.3 Стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

5.3.4 Цилиндр мерный вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

5.3.5 Пипетки вместимостью 1, 2, 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169.

5.3.6 Мешалка магнитная с перемешивающими стержнями, покрытыми политетрафтор-этиленом.

5.3.7 Шкурка шлифовальная зернистостью не более 25 по ГОСТ 5009.

### 5.4 Проведение испытания

5.4.1 В стакане (5.3.3) взвешивают пробу массой 10 г. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Добавляют в стакан от 50 до 100 см<sup>3</sup> ацетона (5.2.1) и растворяют испытуемую пробу при температуре окружающей среды, используя при необходимости магнитную мешалку (5.3.6).

5.4.2 Добавляют в стакан 2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 1 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты (5.2.3) и сразу начинают титровать полученный раствор.

5.4.3 Помещают стакан в титровальную установку, электроды (5.3.1) приблизительно наполовину погружают в раствор. Бюретку наполняют раствором азотнокислого серебра концентрации 0,002 моль/дм<sup>3</sup> (см. 5.2.5) и располагают так, чтобы ее конец был приблизительно на 10 мм выше уровня раствора в стакане или колбе.

Подбирают скорость вращения мешалки, обеспечивающую сильное перемешивание без распыливания.

Записывают начальные показания бюретки и потенциометра.

5.4.4 Добавляют небольшими порциями раствор азотнокислого серебра и после установления потенциала раствора записывают показания бюретки и потенциометра. В начале титрования при незначительных изменениях потенциала раствор азотнокислого серебра прибавляют приблизительно по 0,1 см<sup>3</sup>. Когда изменение потенциала превысит 5 мВ на 0,02 см<sup>3</sup> титранта, прибавляют азотнокислое серебро приблизительно по 0,02 см<sup>3</sup> и менее.

5.4.5 Титрование продолжают до тех пор, пока изменение потенциала будет менее 2 мВ на 0,02 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра. Удаляют титруемый раствор, тщательно промывают электроды водой, осушают их хлопковой тканью и слегка полируют до блеска шлифовальной шкуркой (5.3.7). Между испытаниями электроды хранят погруженными в дистиллированную воду.



5.4.6 Точку эквивалентности определяют по показанию прибора или по графику зависимости между суммарными объемами добавляемого раствора азотнокислого серебра и соответствующими значениями потенциала. За точку эквивалентности принимают точку на графике в середине самой крутой части кривой (точка перегиба). Определяют на кривой с точностью до 0,01 см<sup>3</sup> объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный до достижения точки эквивалентности.

При испытании выполняют два параллельных определения с двумя навесками пробы.

5.4.7 Аналогичным образом проводят контрольный опыт без испытуемой пробы.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Содержание неорганического хлора (иона хлора)  $w_1(\text{Cl}^-)$ , мг/кг, вычисляют по формуле

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

(2)

где  $V_1$  — объем раствора азотнокислого серебра (см. 5.2.5), израсходованный на титрование раствора с испытуемой пробой, см<sup>3</sup>;  
 $V_2$  — объем раствора азотнокислого серебра (см. 5.2.5), израсходованный на титрование раствора в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;  
 $c_1$  — концентрация раствора азотнокислого серебра, рассчитанная по 5.2.5.3, моль/дм<sup>3</sup>;  
35,5 — молярная масса хлора, г/моль;  
 $m_0$  — масса испытуемой пробы, г.  
Результат округляют до первого десятичного знака.

5.6 Прецизионность

Прецизионность метода была определена при проведении межлабораторных испытаний, в которых приняли участие 10 лабораторий, использовавших три значения концентраций. Данные всех 10 лабораторий содержали выбросы, которые были исключены при расчете стандартного отклонения повторяемости и стандартного отклонения воспроизводимости. Данные о прецизионности метода приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Прецизионность метода

| Содержание неорганического хлора<br>$w_1(\text{Cl}^-)$ , мг/кг                                                                                                                                                                         | Повторяемость $s_r$ | Воспроизводимость $s_R$ |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|-------------------------|
| Менее 1                                                                                                                                                                                                                                | 0,05                | 0,13                    |
| От 1 до 3                                                                                                                                                                                                                              | 0,14                | 0,27                    |
| От 3 до 5                                                                                                                                                                                                                              | 0,25                | 0,55                    |
| Пр и м е ч а н и е — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения:<br>$s_r$ — стандартное отклонение повторяемости (внутри лаборатории);<br>$s_R$ — стандартное отклонение воспроизводимости (между лабораториями). |                     |                         |

5.7 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- а) ссылку на настоящий стандарт и используемый метод определения;
- б) данные, необходимые для идентификации испытуемого продукта (наименование, сорт, марка, обозначение нормативного документа или технической документации на продукцию, наименование предприятия-изготовителя и страны);
- в) использованный растворитель, если он отличается от указанного в 5.2.1;
- г) результаты испытания;
- д) дату проведения испытания;
- е) другую необходимую информацию.

6 Метод определения содержания легкоомыляемого хлора

6.1 Сущность метода

Метод основан на реакции эпоксидных смол, за исключением глицидиловых эфиров с раствором гидроокиси натрия в 2-бутоксигэтаноле при комнатной температуре. Глицидиловые эфиры вступают в реакцию с раствором гидроокиси натрия в метаноле при температуре 50 °С.

Смесь затем подкисляют и определяют концентрацию ионов хлора, полученных при омылении, методом потенциометрического титрования раствором азотнокислого серебра. Вводят поправку на содержание ионов хлора в пробе, определенное в соответствии с разделом 5.



**6.2 Реактивы**

6.2.1 Кислота уксусная ледяная *по ГОСТ 61.*

6.2.2 2-Бутоксиэтанол (монобутиловый эфир этиленгликоля) *квалификации х. ч. или ч. д. а.*, хранят в склянке из темного стекла в темном месте.

6.2.3 2-Бутанон (метилэтилкетон) *квалификации х. ч. или ч. д. а.*

6.2.4 Метанол *по ГОСТ 6995.*

6.2.5 Натрия гидроокись *по ГОСТ 4328*, раствор концентрации 120 г/дм<sup>3</sup>:

- в 2-бутоксиэтаноле (для эпоксидных смол);

- в метаноле (для глицидиловых эфиров).

120 г гидроокиси натрия растворяют в 75 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 2-бутоксиэтанол (6.2.2) или метанол (6.2.4) в объеме, достаточном для полного растворения. Охлаждают раствор и доводят его объем до 1 дм<sup>3</sup> соответствующим растворителем.

6.2.6 Ацетон *по ГОСТ 2603.*

6.2.7 Азотнокислое серебро *по ГОСТ 1277*, водный раствор концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>

6.2.7.1 Приготовление

Растворяют примерно 1,7000 г азотнокислого серебра в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup>.

6.2.7.2 Определение точной концентрации

Взвешивают 584,0 мг хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре от 500 °С до 600 °С, и растворяют навеску в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды. Пипеткой переносят 5 см<sup>3</sup> полученного раствора хлористого натрия в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> ацетона (6.2.6) и 2 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты (6.2.1) и титруют полученный раствор методом потенциометрического титрования раствором азотнокислого серебра, приготовленного по 6.2.7.1.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт без хлористого натрия.

6.2.7.3 Вычисление концентрации

Концентрацию раствора азотнокислого серебра  $c_2$ , моль/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле, округляя результат до третьего десятичного знака

$$c_2 = \frac{0,005 m}{58,5(V - V_0)}, \quad (3)$$

где  $m$  — масса хлористого натрия, мг;

58,5 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

$V$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный в контрольном опыте, см<sup>3</sup>.

6.2.7.4 Хранение

Раствор азотнокислого серебра хранят в сосуде из темного (коричневого) стекла в темном месте.

6.2.8 Калий хлористый водный, раствор концентрации  $c(\text{KCl}) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>.

**6.3 Аппаратура, средства измерений**

6.3.1 Аппаратура для потенциометрического титрования, включающая потенциометр, оснащенный стеклянным (вспомогательным) и хлорсеребряным (измерительным) электродами, титровальную установку и бюретку вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup> *по ГОСТ 29251.*

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

6.3.3 стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> *по ГОСТ 25336.*

6.3.4 Колба мерная вместимостью 1000 см<sup>3</sup> *по ГОСТ 25336*

6.3.5 Пипетки вместимостью 2, 5 и 25 см<sup>3</sup> *по ГОСТ 29169.*

6.3.6 Цилиндр мерный вместимостью 100 см<sup>3</sup> *по ГОСТ 1770.*

6.3.7 Баня водяная, обеспечивающая температуру  $(50 \pm 2)$  °С.

6.3.8 Колба коническая вместимостью 250 см<sup>3</sup> с притертой пробкой *по ГОСТ 25336.*

6.3.9 Холодильник шариковый *по ГОСТ 25336.*

6.3.10 Магнитная мешалка с перемешивающими стержнями, покрытыми политетрафторэтиленом.

**6.4 Проведение испытания****6.4.1 Эпоксидные смолы**

6.4.1.1 В стакане (6.3.3) взвешивают пробу, масса которой выбрана таким образом, чтобы в ней содержалось не более 1,78 мг легкоомыляемого хлора.

Пипеткой добавляют в стакан 25 см<sup>3</sup> 2-бутоксиэтанола (6.2.2) и растворяют испытуемую пробу,



используя магнитную мешалку (6.3.10), и при необходимости при нагревании. Охлаждают раствор до температуры окружающей среды и пипеткой добавляют в стакан 25 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия в 2-бутоксиэтаноле (см. 6.2.5). Тщательно перемешивают раствор, накрывают стакан часовым стеклом и выдерживают смесь при температуре окружающей среды в течение 2 ч.

6.4.1.2 При проведении контроля качества допускается сокращать время омыления до 30 мин, если установлено, что получаются аналогичные результаты. Это указывают в протоколе испытания.

6.4.1.3 Добавляют в смесь при помешивании 100 см<sup>3</sup> 2-бутанона (6.2.3) и 25 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты (6.2.1). Смесь перемешивают еще в течение нескольких минут, пока весь осадок, образовавшийся при добавлении ледяной уксусной кислоты, не растворится.

6.4.1.4 Погружают электроды (см. 6.3.1) в испытуемый раствор и титруют методом потенциометрического титрования раствором азотнокислого серебра (6.2.7). После добавления ледяной уксусной кислоты титрование следует проводить как можно быстрее, чтобы не получить заниженные результаты испытания.

6.4.1.5 Одновременно проводят контрольный опыт в аналогичных условиях, но без анализируемой пробы. Если обнаружено, что на титрование *раствора испытуемой пробы* требуется менее 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра (как для контрольного опыта), повторяют испытание, добавив перед титрованием в испытуемый раствор и в раствор для контрольного опыта по 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>. Титруют сразу же после добавления раствора хлористого калия.

6.4.1.6 Определяют содержание неорганического хлора в соответствии с разделом 5.

#### 6.4.2 Глицидиловые эфиры

6.4.2.1 Глицидиловые эфиры необходимо предварительно обработать одним из двух методов:

- метод А, используя стакан;
- метод В, используя коническую колбу и шариковый холодильник.

П р и м е ч а н и е — Предпочтительным является более безопасный метод В.

##### 6.4.2.2 Метод А

В стакане (6.3.3) взвешивают навеску испытуемой пробы, масса которой выбрана таким образом, чтобы в ней содержалось не более 1,78 мг легкоомыляемого хлора. Пипеткой добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия в метаноле (см. 6.2.5) в стакан и растворяют испытуемую пробу, используя магнитную мешалку (6.3.10), накрывают стакан часовым стеклом и выдерживают его на водяной бане (6.3.7) при температуре (50 ± 2) °С в течение 2 ч.

##### 6.4.2.3 Метод В

В конической колбе (6.3.8) взвешивают навеску испытуемой пробы, масса которой выбрана таким образом, чтобы в ней содержалось не более 1,78 мг легкоомыляемого хлора. Пипеткой добавляют в колбу 25 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия в метаноле (см. 6.2.5) и растворяют испытуемую пробу, используя магнитную мешалку (6.3.10). Вставляют в колбу шариковый холодильник (6.3.9) и выдерживают колбу на водяной бане (6.3.7) при температуре (50 ± 2) °С в течение 2 ч.

6.4.2.4 Продолжают испытание в соответствии с 6.4.1.2—6.4.1.6.

#### 6.5 Обработка результатов

Содержание легкоомыляемого хлора  $w_2(\text{Cl}^-)$ , мг/кг, вычисляют по формуле

$$w_2(\text{Cl}^-) = \frac{35,5c_2(V_1 - V_2)1000}{m_0} - c_1, \quad (4)$$

Где 35,5 — молярная масса хлора, г/моль;

$c_2$  — концентрация раствора азотнокислого серебра, рассчитанная по 6.2.7.3, моль/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора азотнокислого серебра (6.2.7), израсходованный на титрование испытуемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

$m_0$  — масса испытуемой пробы (см. 6.4.1.1, 6.4.2.2 или 6.4.2.3), г.

$c_1$  — содержание неорганического хлора (см. 6.4.1.6), мг/кг.

Результат округляют до трех значащих цифр.

#### 6.6 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- а) ссылку на настоящий стандарт и используемый метод определения;
- б) данные, необходимые для идентификации испытуемого продукта (*наименование, сорт, марка, обозначение нормативного документа или технической документации на продукцию, наименование предприятия-изготовителя и страны*);



- с) содержание неорганического хлора, определенное в соответствии с *разделом 5*;
- д) время омыления, если оно менее 2 ч;
- е) результаты испытания;
- ф) дату проведения испытания;
- г) всю другую необходимую информацию.

## 7 Метод определения содержания общего хлора

### 7.1 Сущность метода

Метод заключается в растворении испытуемой пробы в монобутиловом эфире диэтиленгликоля и омылении полученного раствора спиртовым раствором гидроокиси калия при нагревании с использованием шарикового холодильника. Общее содержание хлора затем определяют методом потенциометрического титрования раствором азотнокислого серебра.

### 7.2 Реактивы

7.2.1 Монобутиловый эфир диэтиленгликоля *квалификации х. ч. или ч. д. а.*

7.2.2 Калия гидроокись по *ГОСТ 24363*, раствор концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> в 1,2-пропандиоле.

Растворяют 56 г гидроокиси калия в 1,2-пропандиоле, доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup> 1,2-пропандиолом и перемешивают раствор.

7.2.3 Кислота уксусная ледяная по *ГОСТ 61*.

7.2.4 Ацетон по *ГОСТ 2603*.

7.2.5 Азотнокислое серебро по *ГОСТ 1277*, водный раствор концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

#### 7.2.5.1 Приготовление

Растворяют 17 г азотнокислого серебра в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup> (0,1 моль/см<sup>3</sup>).

#### 7.2.5.2 Определение точной концентрации

Взвешивают 5,8450 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре от 500 °С до 600 °С, растворяют его в воде и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup> для получения раствора концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Используя пипетку, переносят 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и добавляют 100 см<sup>3</sup> ацетона (7.2.4) и 2 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты (7.2.3). Затем титруют полученный раствор методом потенциометрического титрования раствором азотнокислого серебра, приготовленным по 7.2.5.1.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт без хлористого натрия.

#### 7.2.5.3 Вычисление концентрации

Концентрацию раствора азотнокислого серебра  $c_3$ , моль/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле, округляя результат до третьего десятичного знака

$$c_3 = \frac{0,005m}{58,5(V - V_0)}, \quad (5)$$

где  $m$  — масса израсходованного хлористого натрия, мг;

58,5 — молярная масса хлористого натрия, г/моль;

$V$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>.

#### 7.2.5.4 Хранение

Раствор азотнокислого серебра хранят в склянке из темного стекла в темном месте.

7.2.6 Азотнокислое серебро по *ГОСТ 1277*, водный раствор концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup>

#### 7.2.6.1 Приготовление

Растворяют 1,7000 г азотнокислого серебра в воде и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup>.

#### 7.2.6.2 Определение точной концентрации

Взвешивают 584,0 мг хлористого натрия, предварительно прокаленного при температуре от 500 °С до 600 °С, растворяют его в воде и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup> для получения раствора концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Пипеткой переносят 5 см<sup>3</sup> полученного раствора в стакан (7.3.10) вместимостью 250 см<sup>3</sup> и добавляют 100 см<sup>3</sup> ацетона (7.2.4) и 2 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты (7.2.3). Затем титруют полученный раствор методом потенциометрического титрования раствором азотнокислого серебра, полученного по 7.2.6.1.

Аналогичным образом проводят контрольный опыт без хлористого натрия.

#### 7.2.6.3 Вычисление концентрации

Концентрацию вычисляют по формуле (5), округляя результат до третьего десятичного знака.

#### 7.2.6.4 Хранение

Раствор азотнокислого серебра хранят в бутылки из темного (коричневого) стекла в темном



месте.

#### 7.2.7 1,2-Пропандиол.

### 7.3 Аппаратура, средства измерений

7.3.1 Аппаратура для потенциометрического титрования, включающая потенциометр, оснащенный серебряным и хлорсеребряным или сульфат-ртутным электродами, а также титровальную установку.

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

7.3.3 Колба мерная вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336

7.3.4 Плитка нагревательная или масляная баня, обеспечивающая нагревание до температуры выше 200 °С.

7.3.5 Колба коническая вместимостью 250 см<sup>3</sup> с притертой пробкой по ГОСТ 25336.

7.3.6 Холодильник шариковый по ГОСТ 25336.

7.3.7 Цилиндр мерный вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

7.3.8 Пипетка вместимостью 5 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169.

7.3.9 Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

7.3.10 стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

7.3.11 Магнитная мешалка с перемешивающими стержнями, покрытыми политетрафторэтиленом.

### 7.4 Проведение испытания

7.4.1 В конической колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup> (7.3.5) взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до четвертого десятичного знака:

- пробу, взятую в таком количестве, чтобы она содержала от 0,5 до 1,5 мг хлора, если ожидаемое содержание общего хлора менее 1 %;

- пробу, взятую в таком количестве, чтобы она содержала от 5 до 15 мг хлора, если ожидаемое содержание общего хлора более 1 %.

7.4.2 Добавляют 25 см<sup>3</sup> монобутилового эфира диэтиленгликоля (7.2.1) и растворяют пробу с помощью магнитной мешалки (7.3.11).

7.4.3 Добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия в 1,2-пропандиоле (7.2.2), присоединяют к колбе шариковый холодильник. Нагревают полученный раствор на плитке или масляной бане (7.3.4) до кипения и кипятят в течение 10 мин при перемешивании.

7.4.4 Охлаждают раствор, затем добавляют 5 см<sup>3</sup> ацетона (7.2.4) так, чтобы он стекал вниз по шариковому холодильнику.

7.4.5 Переносят раствор из колбы в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> (7.3.10). Три раза омывают внутренние стенки колбы ледяной уксусной кислотой (7.2.3) общим объемом 50 см<sup>3</sup>, добавляя смывы к раствору в стакане.

7.4.6 Погружают электроды (7.3.1) в раствор. Подбирают скорость мешалки таким образом, чтобы обеспечить сильное перемешивание без расплескивания.

7.4.7 Проводят потенциометрическое титрование полученного раствора раствором азотнокислого серебра концентрации 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (7.2.6), если ожидаемое содержание общего хлора менее 1 %, или раствором азотнокислого серебра концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (7.2.5), если ожидаемое содержание общего хлора более 1 %.

7.4.8 Аналогичным образом проводят контрольный опыт без испытуемой пробы.

### 7.5 Обработка результатов

Содержание общего хлора в пробе  $w_3(\text{Cl}^-)$ , мг/кг, вычисляют по формуле

$$w_3(\text{Cl}^-) = \frac{35,5c_3(V_1 - V_2)1000}{m_0}, \quad (6)$$

где  $c_3$  — концентрация раствора азотнокислого серебра, рассчитанная по 7.2.5.3, моль/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора азотнокислого серебра (7.2.5 или 7.2.6), израсходованный на титрование испытуемой пробы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

35,5 — молярная масса хлора, г/моль;

$m_0$  — масса испытуемой пробы, г.

Результат округляют до трех значащих цифр.

### 7.6 Прецизионность

Прецизионность метода была определена при проведении межлабораторных испытаний, в которых приняли участие 10 лабораторий, использовавших три значения концентраций. Данные всех 10 лабораторий содержали выбросы, которые были исключены при расчете стандартного отклонения



повторяемости и стандартного отклонения воспроизводимости. Данные о прецизионности метода приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 — Прецизионность метода

| Тип эпоксидной смолы                                                                                                                                                                                                                    | Повторяемость $s_r$ | Воспроизводимость $s_R$ | Среднее содержание общего хлора, мг/кг |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|-------------------------|----------------------------------------|
| ВРА (жидкая эпоксидная смола, типа бисфенол А)                                                                                                                                                                                          | 32                  | 46                      | 1 497                                  |
| ECN (твердая эпоксидная смола типа о-крезол новолак)                                                                                                                                                                                    | 28                  | 37                      | 1 071                                  |
| П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения:<br>$s_r$ — стандартное отклонение повторяемости (внутри лаборатории);<br>$s_R$ — стандартное отклонение воспроизводимости (между лабораториями). |                     |                         |                                        |

7.7 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- а) ссылку на настоящий стандарт и используемый метод определения;
- б) данные, необходимые для идентификации испытуемого продукта (наименование, сорт, марка, обозначение нормативного документа или технической документации на продукцию, наименование предприятия-изготовителя и страны);
- с) результаты испытания;
- д) дату проведения испытания;
- е) всю другую необходимую информацию.

8 Метод определения массовой доли иона хлора и омыляемого хлора

8.1 Определение массовой доли иона хлора

8.1.1 Сущность метода

Метод заключается в растворении испытуемой пробы эпоксидного соединения и потенциометрическом титровании полученного раствора раствором азотнокислого серебра.

8.1.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы, материалы

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

8.1.2.2 Стакан вместимостью 150 или 250 см³ по ГОСТ 25336.

8.1.2.3 Цилиндр мерный вместимостью 100 см³ по ГОСТ 1770.

8.1.2.4 Пипетки вместимостью 5; и 50 см³ по ГОСТ 29169.

8.1.2.5 Мешалка магнитная с перемешивающими стержнями, покрытыми политетрафторэтиленом.

8.1.2.6 Потенциометр с погрешностью измерения не более 5 мВ, оснащенный индикаторным и вспомогательным электродами, блок автоматического титрования и бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³ по ГОСТ 29251.

Рекомендуется использовать измерительный электрод, изготовленный из серебряной проволоки по ГОСТ 7222 или серебряной пластины по ГОСТ 7221, и вспомогательный электрод марки ЭВЛ-1МЗ, заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия. Измерительный электрод осторожно полируют шлифовальной шкуркой зернистостью не более 25 по ГОСТ 5009 и ополаскивают водой. Электрод подготавливают один раз в сутки перед первым измерением.

Допускается также применять другие методы подготовки электродов, в случае возникновения разногласий применяют приведенный выше метод.

8.1.2.7 Ацетон по ГОСТ 2603 или другие растворители, обеспечивающие полное растворение пробы.

8.1.2.8 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,01$  моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1 разбавлением раствора концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм³, приготовленного по ГОСТ 25794.3.

8.1.2.9 Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей 10 %, приготовленный по ГОСТ 4517.

8.1.2.10 Шкурка шлифовальная зернистостью не более 25 по ГОСТ 5009.

8.1.3 Проведение испытания

8.1.3.1 В стакане взвешивают пробу испытуемой смолы, масса которой выбрана в соответствии с таблицей 3, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.



Т а б л и ц а 3

| Ожидаемая массовая доля<br>иона хлора, % | Масса пробы смолы, г |
|------------------------------------------|----------------------|
| До 0,008 включ.                          | Примерно 10,0        |
| Св. 0,008 до 0,050 включ.                | От 4,0 до 6,0        |
| Св. 0,050                                | От 2,0 до 4,0        |

8.1.3.2 Добавляют в стакан от 50 до 100 см<sup>3</sup> растворителя и растворяют пробу, используя при необходимости магнитную мешалку, затем пипеткой добавляют в колбу 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и сразу же начинают титровать полученный раствор.

8.1.3.3 Электроды приблизительно наполовину погружают в раствор. Бюретку с раствором азотнокислого серебра располагают так, чтобы ее конец был приблизительно на 10 мм выше уровня раствора в стакане или в колбе.

Записывают начальные показания потенциометра.

Раствор азотнокислого серебра прибавляют медленно при непрерывном перемешивании, ожидая установления потенциала раствора после каждого прибавления.

В начале титрования при незначительном изменении потенциала раствор азотнокислого серебра прибавляют по 0,1 см<sup>3</sup>.

Если в дальнейшем изменение потенциала превысит 5 мВ и более, титрант прибавляют по 0,04 см<sup>3</sup>. Вблизи точки эквивалентности титрант прибавляют по каплям, а потенциал измеряют через 20 — 30 с. После значительного изменения потенциала (50 мВ и более) титрование не прекращают, а прибавляют титрант еще 3 или 4 раза порциями примерно 0,02 см<sup>3</sup>.

Точку эквивалентности определяют по максимальному скачку потенциала.

При массовой доле иона хлора выше 0,100 % допускается определять точку эквивалентности визуальным методом, используя в качестве индикатора раствор хромовокислого калия, титрование проводят до изменения окраски раствора от желтой до красно-коричневой.

В случае возникновения разногласий точку эквивалентности определяют по показанию прибора или по графику, построенному по полученным данным.

8.1.3.4 При испытании выполняют два параллельных определения с двумя навесками пробы.

**8.1.4 Обработка результатов**

8.1.4.1 Массовую долю иона хлора  $X_1$ , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 c \cdot 35,5 \cdot 10^{-3}}{m_1} 100, \tag{7}$$

где  $V_1$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора с испытуемой пробой, см<sup>3</sup>;

$c$  — точная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, вычисленная по ГОСТ 25794.1, моль/дм<sup>3</sup>;

35,5 — молярная масса хлора, г/моль;

$m_1$  — масса пробы испытуемой смолы, г.

8.1.4.2 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, относительное значение расхождения между которыми не превышает норматива контроля повторяемости, равного 30 %.

Результат записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Границы относительной суммарной погрешности результата испытания составляют  $\pm 30$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

**8.2 Определение массовой доли омыляемого хлора**

**8.2.1 Сущность метода**

Метод заключается в омылении испытуемой пробы раствором гидроокиси калия в смеси этиленгликоля с диоксаном и потенциометрическом титровании полученного раствора раствором азотнокислого серебра.

**8.2.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы, материалы**

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

8.2.2.2 Стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

8.2.2.3 Цилиндр мерный вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

8.2.2.4 Пипетка вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169.

8.2.2.5 Мешалка магнитная.



8.2.2.6 Потенциометр с погрешностью измерения не более 5 мВ, оснащенный индикаторным и вспомогательным электродами, блок автоматического титрования и бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251.

Рекомендуется использовать измерительный электрод, изготовленный из серебряной проволоки по ГОСТ 7222 или серебряной пластины по ГОСТ 7221, и вспомогательный электрод марки ЭВЛ-1МЗ, заполненный насыщенным раствором азотнокислого калия. Измерительный электрод осторожно полируют шлифовальной шкуркой и ополаскивают водой. Электрод подготавливают один раз в сутки перед первым измерением.

Допускается также применять другие методы подготовки электродов, в случае возникновения разногласий применяют приведенный выше метод.

8.2.2.7 Песчаная баня.

8.2.2.8 Колба со шлифом вместимостью от 100 до 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

8.2.2.9 Холодильник шариковый по ГОСТ 25336.

8.2.2.10 Этиленгликоль по ГОСТ 10164.

8.2.2.11 1,4-Диоксан по ГОСТ 10455.

8.2.2.12 Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор концентрации  $c(\text{KOH}) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup> в смеси этиленгликоля по ГОСТ 10164 и 1,4-диоксана по ГОСТ 10455.

Раствор готовят следующим образом: растворяют 2,80 г гидроокиси калия в 60 см<sup>3</sup> этиленгликоля, затем прибавляют 40 см<sup>3</sup> 1,4-диоксана.

8.2.2.13 Ацетон по ГОСТ 2603.

8.2.2.14 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,100$  моль/дм<sup>3</sup>, приготовленный по ГОСТ 25794.3.

8.2.2.15 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,025$  моль/дм<sup>3</sup>, готовят разбавлением раствора концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,100$  моль/дм<sup>3</sup>, приготовленного по ГОСТ 25794.3.

8.2.2.16 Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277, водный раствор концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,010$  моль/дм<sup>3</sup>; готовят по ГОСТ 25794.1 разбавлением раствора концентрации  $c(\text{AgNO}_3) = 0,100$  моль/дм<sup>3</sup>, приготовленного по ГОСТ 25794.3.

8.2.2.17 Кислота серная по ГОСТ 4204, водный раствор концентрации  $c(1/2 \text{ H}_2 \text{ SO}_4) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

8.2.2.18 Шкурка шлифовальная зернистостью не более 25 по ГОСТ 5009.

8.2.3 Проведение испытания

8.2.3.1 В колбе взвешивают пробу, масса которой выбрана в соответствии с таблицей 4, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Пипеткой вносят в колбу 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия в смеси этиленгликоля и 1,4-диоксана. Колбу соединяют с шариковым холодильником, нагревают полученный раствор до кипения и кипятят его в течение не менее 20 мин.

Затем выключают обогрев, охлаждают раствор до температуры окружающей среды и ополаскивают холодильник и шлиф 30 см<sup>3</sup> ацетона в ту же колбу.

Содержимое колбы переносят в стакан для титрования вместимостью 150 см<sup>3</sup>, смывая 30 — 40 см<sup>3</sup> ацетона, к полученному раствору добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты.

Стакан устанавливают на магнитную мешалку и титруют содержимое стакана раствором азотнокислого серебра соответствующей концентрации, как указано в 8.1.3.3.

При испытании выполняют два параллельных определения с двумя навесками пробы.

Т а б л и ц а 4

| Ожидаемая<br>массовая доля<br>омыляемого хлора, % | Масса пробы<br>смолы, г | Концентрация раствора<br>азотнокислого серебра, моль/дм <sup>3</sup> |
|---------------------------------------------------|-------------------------|----------------------------------------------------------------------|
| До 2 включ.                                       | 0,1—1,0                 | 0,010                                                                |
|                                                   | 0,3—3,0                 | 0,025                                                                |
| Св. 2 до 6 включ.                                 | 0,2—0,3                 | 0,100                                                                |
| Св. 6                                             | 0,1                     | 0,100                                                                |

8.2.3.2 Аналогичным образом проводят контрольный опыт без навески пробы испытуемой смолы.

8.2.3.3 При массовой доле омыляемого хлора выше 0,100 % допускается определять точку эквивалентности визуальным методом, используя в качестве индикатора раствор хромовокислого калия, титрование проводят до изменения окраски раствора от желтой до красно-коричневой.

8.2.4 Обработка результатов



8.2.4.1 Массовую долю омыляемого хлора  $X_2$ , %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_0) \cdot c \cdot 35,5 \cdot 10^{-3}}{m_2} 100 - X_1, \tag{8}$$

- где  $V_2$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора испытуемой пробы, см<sup>3</sup>;  
 $V_0$  — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование раствора в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;  
 $c$  — очная молярная концентрация раствора азотнокислого серебра, вычисленная по ГОСТ 25794.1, моль/дм<sup>3</sup>;  
35,5 — молярная масса хлора, г/моль;  
 $m_2$  — масса пробы испытуемой смолы, г;  
 $X_1$  — массовая доля иона хлора, %, вычисленная по формуле (7).

8.2.4.2 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает значений норматива контроля повторяемости, указанных в таблице 5.  
Результат записывают с точностью до первого десятичного знака.  
Границы относительной суммарной погрешности результата испытания при доверительной вероятности  $P = 0,95$  указаны в таблице 5.

Таблица 5

| Массовая доля омыляемого хлора, % | Норматив контроля повторяемости, % абс. | Границы относительной суммарной погрешности результатов испытания, % отн. при $P = 0,95$ |
|-----------------------------------|-----------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|
| До 0,2 включ.                     | 0,03                                    | $\pm 30$                                                                                 |
| Св. 0,2 до 0,7 включ.             | 0,05                                    | $\pm 20$                                                                                 |
| Св. 0,7 до 1,0 включ.             | 0,08                                    | $\pm 15$                                                                                 |
| Св. 1,0 до 3,0 включ.             | 0,10                                    | $\pm 10$                                                                                 |
| Св. 3,0 до 9,0 включ.             | 0,20                                    | $\pm 10$                                                                                 |
| Св. 9,0                           | 0,30                                    | $\pm 10$                                                                                 |

8.5 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт и используемый метод определения;
- данные, необходимые для идентификации испытуемого продукта (наименование, сорт, марка, обозначение нормативного документа или технической документации на продукцию, наименование предприятия-изготовителя и страны);
- результаты испытания;
- дату проведения испытания.



---

УДК 678.686.001.4:006.354

ОКС 83.080.01

Ключевые слова: эпоксидные смолы, глицидиловые эфиры, эпоксидные соединения, неорганический хлор, ион хлора, легкоомыляемый хлор, общий хлор, омыляемый хлор, потенциметрическое титрование

---

Редактор *И.А. Косоруков*

Корректор *П.М. Смирнов*

Компьютерная вёрстка *Е.К. Кузиной*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60х84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>.  
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 40 экз. Зак. 74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)