

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ПЛАСТМАССЫ

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ
ГИДРОКСИЛЬНЫХ ГРУПП
В ЭПОКСИДНЫХ СМОЛАХ
И ЭПОКСИДИРОВАННЫХ СОЕДИНЕНИЯХ**

ГОСТ 17555—72

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

ПЛАСТМАССЫ

Методы определения содержания гидроксильных групп в эпоксидных смолах и эпоксидированных соединениях

Plastics.

Methods for determination of hydroxyl group content of epoxy resins and epoxidized compositions

ГОСТ
17555—72*

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 февраля 1972 г. № 418 срок введения установлен

с 01.01. 1973 г.

Проверен в 1978 г. Срок действия ограничен

до 01.01. 1984 г.

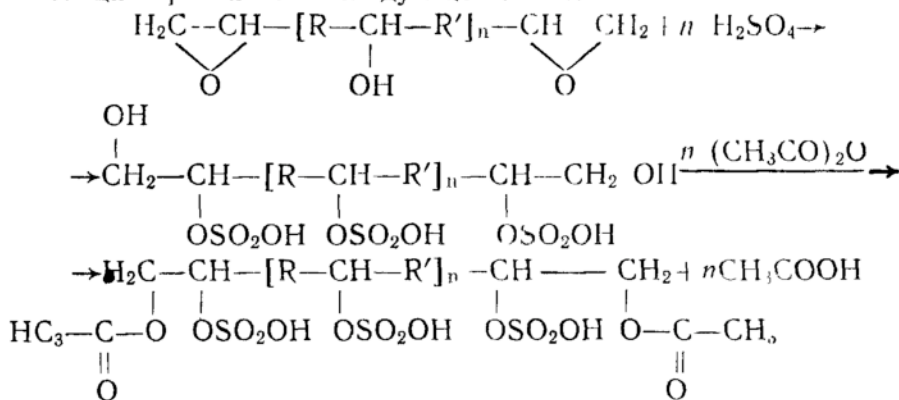
Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на пластмассы и устанавливает два метода определения содержания гидроксильных групп в эпоксидных смолах и эпоксидированных соединениях: химический и ИК-спектроскопии.

Сущность химического метода заключается в ацилировании гидроксильных групп, содержащихся в смоле и образовавшихся из эпоксидного кольца при расщеплении его под действием ацилирующей смеси, состоящей из пиридина, уксусного ангидрида и серной кислоты.

Метод не распространяется на эпоксидные смолы и эпоксидированные соединения, содержащие менее 1% гидроксильных групп или азот.

Реакция протекает по следующей схеме:



Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (сентябрь 1978 г.) с изменением № 1, опубликованным в апреле 1978 г.

© Издательство стандартов, 1979

Сущность метода ИК-спектроскопии заключается в измерении оптической плотности аналитической полосы поглощения гидроксильной группы с последующим расчетом ее содержания по градуировочному графику.

Метод не распространяется на эпоксидные смолы и эпоксидированные соединения, содержащие первичные и вторичные аминогруппы.

(Измененная редакция — «Информ. указатель стандартов» № 4 1978 г.).

1. ХИМИЧЕСКИЙ МЕТОД

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1.1. Для определения содержания гидроксильных групп должны применяться:

пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1 и 5 мл;

бюретка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 50 мл;

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770—74, тип б, с носиком, вместимостью 10 и 50 мл;

колбы конические по ГОСТ 10394—72, тип КИНС, с пришлифованной пробкой, вместимостью 100 и 250 мл;

пиридин чистый по ГОСТ 2747—67;

ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77, ч. д. а.;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч. или ч. д. а.;

калия гидрат окиси (кали едкое) х. ч. или ч. д. а., 0,5 и водный раствор;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление ацетилирующей смеси

В коническую колбу вместимостью 100 мл вносят отмеренные цилиндром 4,5 мл уксусного ангидрида и приливают пипеткой 1 мл серной кислоты. Смесь перемешивают круговым вращением так, чтобы она не касалась пробки колбы. Затем в колбу приливают из цилиндра 33 мл пиридина. Содержимое колбы тщательно перемешивают, колбу закрывают пробкой и оставляют для охлаждения на 20—30 мин.

Ацетилирующая смесь должна быть прозрачной. Смесь, содержащую муть или осадок, не применяют для анализа. Ацетилирующую смесь готовят в вытяжном шкафу.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Около 0,1—0,2 г анализируемого продукта взвешивают с точностью до 0,0002 г, вносят в коническую колбу вместимостью 250 мл и приливают пипеткой 5 мл свежеприготовленной ацетилирующей смеси. Плотнo закрывают колбу пробкой и круговым вращением растворяют навеску, после растворения колбу помещают в термoшкаф, нагретый до 76—78°C, и выдерживают в нем в течение 1,5 ч.

Через 1,5 ч колбу вынимают из термoшкафа, охлаждают 5—10 мин, после чего цилиндром приливают в колбу 50 мл дистиллированной воды и выдерживают в течение 40 мин для полного превращения уксусного ангидрида в уксусную кислоту.

В колбу вносят пипеткой 4—5 капель индикатора фенолфталеина и титруют содержимое колбы 0,5 н раствором гидрата окиси калия до появления розовой окраски.

Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без навески анализируемого продукта.

Анализ проводят в вытяжном шкафу.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание гидроксильных групп (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = z - y.$$

$$z = \frac{(V_0 - V) \cdot 0,0085 \cdot 100}{m} = \frac{(V_0 - V) \cdot 0,85}{m},$$

$$y = 2 \cdot \varepsilon \cdot 0,395 = 0,79 \cdot \varepsilon,$$

где z — сумма гидроксильных групп, состоящая из количества гидроксильных групп, содержащихся в смоле, и количества гидроксильных групп, образовавшихся из эпоксидных групп при их расщеплении, %;

V_0 — объем точно 0,5 н раствора гидрата окиси калия, израсходованный при титровании контрольного опыта, мл;

V — объем точно 0,5 н раствора гидрата окиси калия, израсходованный на титрование анализируемой навески, мл;

0,0085 — количество гидроксильных групп, соответствующее 1 мл точно 0,5 н раствора гидрата окиси калия, г;

m — навеска анализируемого продукта, г;

y — количество гидроксильных групп, образовавшихся при расщеплении эпоксидных групп, %;