ГОСТ Р ИСО 1159—93

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ. СОПОЛИМЕРЫ ВИНИЛХЛОРИДА С ВИНИЛАЦЕТАТОМ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИНИЛАЦЕТАТА

Издание официальное

БЗ 4—93/340

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 200 «Поливинилхлорид, полиметилметакрилат»

2 УТВЕРЖДЕН, ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29.10.93 № 228

3 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения аутентичного текста международного стандарта ИСО 1159—78 «Пластмассы. Сополимеры винилхлорида с винилацетатом. Определение винилацетат»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1994

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Назначение 1
2 Сущность метода 1
3 Реактивы 1
4 Аппаратура 2
5 Проведение испытания 2
6 Обработка результатов 4
7 Примечания к проведению испытания 4
8 Протокол испытания 6
9 Приложение 7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ. СОПОЛИМЕРЫ ВИНИЛХЛОРИДА С ВИНИЛАЦЕТАТОМ

Определение винилацетата

Plastics. Vinyl chloride-vinyl acetate copolymers. Determination of vinyl acetate

Дата введения 1994—07—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения процентного содержания винилацетата в сополимерах винилхлорида с винилацетатом.

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Растворение пробы в очищенном тетрагидрофуране и гидролиз ацетатных групп этанольным раствором гидроксида калия.

Обратное титрование избытка гидроксида калия серной кислотой с применением тимолового синего в качестве индикатора.

Аргентометрическое титрование хлористого зодорода, выделившегося при гидролизе.

3 РЕАКТИВЫ

3.1 Гидроксид калия, этанольный раствор молярной концентрации около 0,5 моль/дм^3.

Растворяют 33 г твердого гидроксида калия (KOH) в 500 см^3 этанола. Доливают до 1000 см^3, выдерживают ночь и декантируют прозрачную часть раствора.

3.2 Гидроксид калия, этанольный раствор молярной концентрации около 0,2 моль/дм^3.

Раствор готовят тем же способом, что указан в 3.1, но растворяют в этаноле 13,5 г твердого гидроксида калия.

Издание официальное

3.3 Серная кислота: раствор молярной концентрации $c\ (^1/_2\ H_2SO_4) = 0{,}1$ моль/дм³.

3.4 Серная кислота: раствор молярной концентрации $c\ (^1/_2\ H_2SO_4) = 0{,}05$ моль/дм³.

3.5 Нитрат серебра; раствор молярной концентрации $c\ (AgNO_3) = 0{,}1$ моль/дм³.

3.6 Нитрат серебра; раствор молярной концентрации $c\ (AgNO_3) = 0{,}05$ моль/дм³.

3.7 Тетрагидрофуран, очищенный по 7.2.

3.8 Смесь этанол-вода (1:1 по объему), нейтрализованная по тимоловому синему, готовится из свежекипяченной дистиллированной воды.

3.9 Раствор индикатора тимолового синего. Растворяют 0,1 г тимолового синего в 100 см³ этанола.

3.10 Гидроксид калия, твердые гранулы.

3.11 Хромат калия, раствор массовой концентрации 50 г/см³.

4 АППАРАТУРА

4.1 Бюретка вместимостью 25 см³ для ацидиметрии.

4.2 Бюретка вместимостью 10 см³ для аргентометрии.

4.3 Электромагнитная мешалка.

4.4 Термостатирующая водяная баня для поддержания температуры (30±0,5) °С (см. 7.1).

4.5 Аналитические весы, позволяющие проводить взвешивание с точностью ±0,0001 г.

4.6 Мерная колба вместимостью 100 см³ со стеклянной притертой пробкой.

4.7 Пипетки вместимостью 1, 5, 20 и 30 см³.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1 Время, необходимое для количественного омыления винилацетатных групп, зависит от содержания винилацетата, концентрации применяемого этанольного раствора гидроксида калия, температуры и массы анализируемой пробы. Принимая во внимание предлагаемое содержание винилацетата в сополимере и температуру, при которой проходит омыление, выбирают соответствующие условия из таблицы 1.

5.2 Точно взвешенную навеску сухого сополимера, выбранную по таблице 1, помещают в колбу (см. 4.6, 7.3) и пипеткой приливают 20 см³ тетрагидрофурана (3.7). Растворение сополимера облегчается при применении магнитной мешалки (4.3). После полного

растворения навески колбу погружают в термостатирующую баню, выдерживают 10 мин, приливают 5 см³ этанольного раствора гидроксида калия, концентрация которого указана в таблице, и тщательно перемешивают содержимое колбы легким круговым движением. В случае частичного осаждения сополимера на этой стадии осадок следует растворить путем перемешивания.

Дают возможность пройти гидролизу в течение времени, указанного в таблице 1.

Таблица 1 — **Условия проведения гидролиза сополимера винилхлорида с винилацетатом**

Предлагаемое содержание винилацетата, %	Масса испытуемой навески, г	Молярная концентрация этанольного раствора KOH	Молярная концентрация растворов H_2SO_4 и $AgNO_3$	Время гидролиза, ч		
				с применением бани (4.4) при (30±5) °C	при комнатной температуре	
					от 20 до 25°C	от 25 до 30 °C
0—5	0,4—0,5	0,2	0,05	2	3,5	2,5
5—10	0,18—0,2	0,2	0,05	2	3,5	2,5
10—30	0,18—0,2	0,5	0,1	1,5	2,5	2
30—60	0,18—0,2	0,5	0,1	2	3,5	2,5
60 и выше	0,13—0,15	0,5	0,1	3	6	4

5.3 После окончания гидролиза приливают при постоянном перемешивании 30 см³ смеси этанол-вода (3.8). Это вызывает осаждение сополимера в виде мелких крупинок. Приливают 1 см³ раствора тимолового синего (3.9). Перемешивая, титруют избыток гидроксида калия раствором серной кислоты (концентрация указана в таблице) до перехода темно-зеленой окраски раствора в оранжевую. В тех же условиях испытания, но в отсутствии сополимера, проводят контрольное испытание, титруя до перехода синей окраски индикатора в желтую.

5.4 После окончания ацидиметрического титрования добавляют 1 см³ раствора серной кислоты (3.3) и проводят потенциометрическое титрование смеси раствором нитрата серебра (концентрация азотнокислого серебра указана в таблице 1) при постоянном перемешивании. Объем израсходованного раствора нитрата серебра эквивалентен количеству хлористого водорода, выделившегося во время гидролиза сополимера (7.4).

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 При использовании растворов серной кислоты и нитрата серебра молярной концентрации 0,1 моль/дм³ массовую долю винилацетата в процентах X вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,8609(V_1 - V_2 - V_3)}{m}.$$

6.2 При использовании растворов серной кислоты и нитрита серебра молярной концентрации 0,05 моль/дм³ массовую долю винилацетата в процентах X_1 вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,4304(V_1 - V_2 - V_3)}{m},$$

где V_1 — объем серной кислоты, израсходованной в контрольном испытании, см³;

V_2 — объем серной кислоты, израсходованный при определении, см³;

V_3 — объем израсходованного раствора нитрата серебра, см³;

m — масса навески, г.

6.3 Проводят два определения. Если их результаты отличаются более чем на 0,4 % по массовой доле винилацетата, то испытание следует повторить.

Вычисляют среднее арифметическое результатов двух измерений.

7 ПРИМЕЧАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ ИСПЫТАНИЯ

7.1 Если нет в наличии термостатирующей бани, то допускается проведение работы при комнатной температуре. Соответствующие условия работы приведены в таблице 1.

7.2 Очистка тетрагидрофурана: тетрагидрофуран часто содержит вещества, реагирующие с гидроксидом калия. Применение растворителя, содержащего также примеси, приводит к получению результатов, превышающих теоретические.

Очистку проводят в соответствии с приложением: в колбу *1* для перегонки с двумя горловинами вместимостью 2 дм³ вводят 1 дм³ тетрагидрофурана и 50 г твердого гидроксида калия (3.10). Через одну горловину пропускают в нижнюю часть колбы азот. (Азот создает инертную среду и перемешивает содержимое колбы). Вторую горловину соединяют с обратным холодильником *3* и жидкостным затвором *6*.

Пропускают азот со скоростью 5 дм³ в течение 15 мин, затем скорость уменьшают до одного пузырька в секунду. Колбу нагре-

вают на водяной бане и кипятят с обратным холодильником приблизительно в течение 5 ч. По истечении этого времени убирают холодильник и отгоняют тетрагидрофуран над гидроксидом калия в медленном токе азота (один пузырек в секунду). Отбрасывают первые 50 см³ дистиллята, собирают растворитель и хранят в склянке из коричневого стекла с притертой пробкой.

Растворитель можно проверить на чистоту следующим образом. В колбу с притертой пробкой вместимостью 100 см³ приливают пипеткой 10 см³ тетрагидрофурана, в другую такую же колбу приливают 10 см³ прокипяченной дистиллированной воды. В каждую колбу приливают по 5 см³ раствора гидроксида калия в этаноле молярной концентрации 0,5 моль/дм³ (3.1), закрывают колбы пробками и выдерживают в течение 1 ч. Затем разбавляют содержимое приблизительно 30 см³ смеси этанол-вода (3.8), добавляют 1 см³ раствора тимолового синего (3.9) и титруют раствором серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (3.3) до появления желтой окраски. Два объема используемых растворов серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (3.3) не должны отличаться более чем на 0,1 см³.

Очищенный тетрагидрофуран не следует хранить больше недели. По возможности нужно использовать свежеперегнанный растворитель. Тетрагидрофуран, очищенный описанным выше способом, но хранившийся более недели, нуждается в очистке лишь путем дистилляции над твердым гидроксидом калия (3.10) в медленном токе азота.

Применяемый азот не должен содержать более 0,1 об. % кислорода.

7.3 При анализе неизвестного образца проводят предварительное испытание в условиях, рекомендованных для сополимера, содержащего от 10 до 30 масс. % винилацетата.

7.4 Потенциометрическое титрование можно заменить менее точным визуальным титрованием по методу Мора. В этом случае раствор без подкисления фильтруют через фильтр из спеченного стекла. Осадок и фильтр промывают до отрицательной реакции с азотнокислым серебром. Если раствор, предназначенный для титрования, желтого цвета становится зеленым после добавления 1 см³ раствора хромата калия (3.11), применяемого в качестве индикатора, то добавляют несколько капель раствора серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³ (3.3) до восстановления желтого цвета.

При применении визуального титрования необходимо строго соблюдать время гидролиза, поскольку увеличение времени вызывает образование растворов темного цвета, что создает трудности для

визуального титрования. Для темных растворов пригоден способ потенциометрического титрования.

8 ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать:

а) ссылку на применяемый метод;

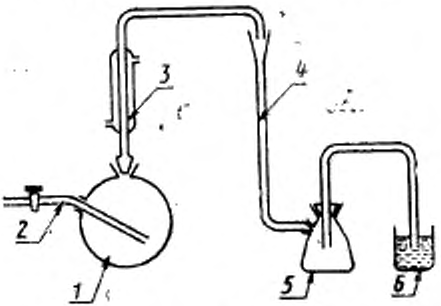
б) полную характеристику пробы;

в) результаты испытания, выраженные как процентное содержание винилацетата в образце;

г) обозначение настоящего стандарта.

Приложение
(обязательное)

Аппаратура для очистки тетрагидрофурана



1 — колба для перегонки с двумя горловинами; *2* — ввод азота; *3* — обратный холодильник; *4* — трубки; *5* — предохранительная склянка; *6* — жидкостный затвор

Рисунок

УДК 678.743—13.543.24:547.29226:006.354 Л29

Ключевые слова: пластмассы, сополимеры, винилхлорид, винилацетат, химический анализ, определение содержания

ОКСТУ 2209

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. Ю. Гебрук*

Сдано в набор 01.12.93. Подп. в печ. 14.01.94. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,51. Тир. 454 экз. С 964.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2676