26194-84

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СМОЛЫ ЛАКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА АЛКИДНЫХ И ПОЛИЭФИРНЫХ СМОЛ

ГОСТ 26194—84
(СТ СЭВ 4168—83)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

Б. С. Петрухин, В. В. Сашевский, А. В. Уваров, В. Г. Гомозова, Л. К. Косарева, М. Л. Мухина

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Зам. министра Е. Ф. Власкин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 мая 1984 г. № 1714

УДК 678.674:543.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СМОЛЫ ЛАКОВЫЕ

Методы определения гидроксильного числа алкидных и полиэфирных смол

Resins for paint and varnish. Methods for determination of hydroxyl number of alkyd and polyester resins

ГОСТ 26194—84

(СТ СЭВ 4168—83)

ОКСТУ 2810

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 мая 1984 г. № 1714 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на смолы лаковые алкидные и ненасыщенные полиэфирные и устанавливает методы определения гидроксильного числа А и Б.

Метод А предназначен для определения гидроксильного числа в алкидных и ненасыщенных полиэфирных смолах.

Метод Б — в ненасыщенных полиэфирных смолах.

Стандарт не распространяется на полиэфирные смолы, применяемые для производства полиуретанов.

Сущность методов заключается в этерификации гидроксильных групп смолы ангидридом уксусной кислоты в присутствии *п*-толуолсульфокислоты в качестве катализатора с последующим гидролизом излишка ангидрида уксусной кислоты и титрованием полученной свободной уксусной кислоты раствором гидроокиси калия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4168—83, МС ИСО 2554—74 и МС ИСО 4629—78.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 9980—80, разд. 2.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

pH-метр с пределами измерения pH от 1 до 14 со стеклянным и каломельным или хлорсеребряным электродами.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1984

Мешалка магнитная.

Колба коническая с пришлифованной пробкой типа Кн-1—250—29/32-ТС по ГОСТ 25336—82.

Стакан химический типа В-1—250 ТС по ГОСТ 25336—82.

Термостат, баня водяная (с контактным термометром и реле), обеспечивающая нагрев до 60° С с погрешностью измерения не более 1° С.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Пипетки типа 1—1—2; 2—1—5; 2—1—10 по ГОСТ 20292—74.

Бюретки типа 1—2—50—0,10; 2—2—50—0, 10; 3—2—50—0,10 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры типа 1—50; 1—100 по ГОСТ 1770—74.

Холодильник стеклянный обратный по ГОСТ 25336—82.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный с пределами измерения от 0 до 100° С и ценой деления шкалы 0,2° С по ГОСТ 215—73.

Калий фталевокислый кислый ч. д. а. этилацетат безводный по ГОСТ 22300—76, ч. д. а.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77, ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Толуол по ГОСТ 5789—78, ч. д. а.

Спирт бутиловый по ГОСТ 6006—78, ч. д. а.

п-толуолсульфокислота, ч. д. а.

Ангидрид уксусной кислоты перегнанный по ГОСТ 5815—77, ч. д. а.

Пиридин перегнанный по ГОСТ 13647—78, ч. д. а.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а.

Крезоловый красный (индикатор) по ГОСТ 5849—74.

Тимоловый синий (индикатор).

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3. МЕТОД А

3.1. Подготовка к анализу

Для проведения анализа готовят следующие смеси и растворы:

раствор фенолфталеина: 10 г фенолфталеина растворяют в 1 дм^3 метилового или этилового спирта;

смешанный индикатор: три объемных части метанольного или этанольного раствора тимолового синего с концентрацией 1 г/дм^3 смешивают с одной объемной частью такого же раствора крезолового красного с концентрацией 1 г/дм^3;

раствор гидроокиси калия в метиловом или этиловом спирте с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³, которая устанавливается титрованием фталевокислого калия в присутствии раствора фенолфталеина или смешанного индикатора;

смесь толуол-бутанол в объемном соотношении 1 : 2, нейтрализованную раствором гидроокиси калия 0,5 моль/дм³ в присутствии раствора фенолфталеина или смешанного индикатора, или потенциометрически; допускается для алкидных смол объемное соотношение толуол-бутанол 1 : 1;

смесь пиридин — вода в объемном соотношении 3 : 1;

ацетилирующая смесь: 4 г *п*-толуолсульфокислоты растворяют в 100 см³ этилацетата, добавляют при постоянном перемешивании 33 см³ перегнанного уксусного ангидрида; смесь проверяют таким образом, чтобы 5 см³ смеси было достаточно для титрования 40—50 см³ раствора гидроокиси калия 0,5 моль/дм³.

3.2. Проведение анализа

В конической колбе взвешивают анализируемую пробу в количестве, содержащем 5 ммоль гидроксильных групп, что соответствует массе навески (m), в граммах, вычисленной по формуле

$$m = \frac{280}{K},$$

где 280 — масса КОН эквивалентная 5 ммолям гидроксильных групп, мг;

K — предполагаемое гидроксильное число, мг КОН/г.

Масса навески не должна превышать 10 г.

Если величина гидроксильного числа неизвестна, в коническую колбе взвешивают 2—3 г пробы и растворяют в 5 см³ этилацетата.

При плохом растворении пробы допускается нагревание колбы при температуре не выше 50° С.

После достижения температуры окружающей среды добавляют 5 см³ ацетилирующей смеси и подсоединяют к колбе холодильник. Колбу выдерживают при температуре (50±1)° С в течение 20 мин, встряхивая ее каждые 5 мин. После этого содержимое колбы охлаждают до температуры окружающей среды, снимают холодильник, добавляют 2 см³ воды, снова подсоединяют холодильник и перемешивают встряхиванием колбы. Через холодильник добавляют 10 см³ смеси пиридин — вода, перемешивают содержимое колбы и оставляют на 5 мин при температуре окружающей среды, после этого добавляют через холодильник 30 см³ смеси толуол — бутанол, снимают холодильник, ополаскивают шлифы холодильника и колбы такой же порцией этой смеси.

Содержимое колбы титруют раствором гидроокиси калия в присутствии одного из индикаторов или потенциометрически.

При применении в качестве индикатора раствора фенолфталеина титрование проводят до появления светло-розовой окраски, при применении смешанного раствора — до розово-фиолетовой.

Потенциометрический метод титрования применяют для испытания темных растворов или для определения гидроксильного числа менее 10.

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

4. МЕТОД Б

4.1. Подготовка к анализу

Приготовление растворов — по п. 3.1, за исключением ацетилирующей смеси, которая готовится следующим образом: 1,4 г *п*-толуол-сульфокислоты растворяют в 111 см³ этилацетата; после полного растворения медленно добавляют при постоянном перемешивании 12 см³ уксусного ангидрида.

4.2. Проведение анализа

Анализ проводят по п. 3.2, за исключением того, что добавляют 10 см³ ацетилирующей смеси, после этого колбу нагревают в течение 45 мин.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Гидроксильное число (X) в мг КОН/г пробы вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C \cdot 56{,}1}{m} + КЧ,$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

V_2 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

C — молярная концентрация раствора гидроокиси калия, моль/дм³;

56,1 — молекулярная масса гидроокиси калия, г/моль;

$КЧ$ — кислотное число анализируемого продукта, определенное по ГОСТ 23955—80, мг КОН/г.

5.2. Массовую долю гидроксильных групп (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot 0{,}0303,$$

где X — гидроксильное число анализируемого продукта, мг КОН/г;

0,0303 — коэффициент пересчета на %.

5.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми указывают в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. И. Тушева*
Корректор *В. И. Варенцова*

gost.e-ecolog.ru

Подп. в печ. 09.08.84 0,5 усл. п. л. 0,32 уч.-изд. л. Тир. 12 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» «Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 589