Внесено изм. № 1 ИУС 10-81

22304-77

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ НЕНАСЫЩЕННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 22304—77

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским институтом пластических масс НПО «Пластмассы»

Генеральный директор **В. И. Серенков**
Руководители темы: **Л. С. Калинина, Е. Л. Татевосян**
Исполнители: **Н. А. Хачапуридзе, Н. К. Галузкина, З. В. Михайлова, Л. Н. Седов, Н. Е. Елисеева, Л. Д. Дерюгина**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии **В. Ф. Ростунов**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 января 1977 г. № 59

УДК 678.674:543.852.1:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ НЕНАСЫЩЕННЫЕ

Методы определения кислотного числа

Unsaturated polyester resins.
Methods for determination of asid value.

ГОСТ 22304—77

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 января 1977 г. № 59 срок действия установлен

с 01.01.1978 г.
до 01.01.1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

до 01.01.91 ИУС 10-85

Настоящий стандарт распространяется на ненасыщенные полиэфирные смолы и устанавливает методы определения частичного и полного кислотного числа.

Кислотное число — это количество гидроокиси калия в миллиграммах, необходимое для нейтрализации 1 г смолы.

Стандарт соответствует требованиям международного стандарта ИСО 2114—74 и рекомендации СЭВ РС 3918—73 в части, касающейся метода определения частичного кислотного числа.

1. Аппаратура, реактивы и растворы

1.1. Для определения кислотного числа применяются:
пипетки 2—2—25, 50 по ГОСТ 20292—74;
бюретки 3—2—25 по ГОСТ 20292—74;
колбы КнКш 100—19/26 по ГОСТ 10394—72;
колбы КнКш 250—29/32 по ГОСТ 10394—72;
калия гидрат окиси (кали едкое), х. ч. и ч. д. а; 0,1 н. раствор в абсолютированном этиловом спирте (гидрат окиси калия встряхивают в абсолютированном этиловом спирте в закрытой склянке при комнатной температуре до растворения, затем оставляют для отстаивания на 1—3 сут, после этого осторожно сливают прозрачный раствор в чистую сухую склянку и хранят ее плотно закрытой в темном месте) и 0,1 н. водный раствор;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

тимоловый синий 0,1%-ный раствор в абсолютированном этиловом спирте;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный раствор в абсолютированном этиловом спирте;

растворители:

а) смесь толуола по ГОСТ 5789—69 или бензола по ГОСТ 5955—75 с абсолютированным этиловым спиртом (2:1 по объему);

б) хлороформ по ГОСТ 20015—74, нейтрализованный в присутствии тимолового синего;

ацетон по ГОСТ 2603—71, ч. д. а.;

в) смесь бензола по ГОСТ 5955—75 с этиловым спиртом по ГОСТ 18300—72 (1:1 по объему).

2. Метод определения частичного кислотного числа

2.1. Сущность метода

Сущность метода определения частичного кислотного числа заключается в нейтрализации раствора полиэфирной смолы раствором едкого кали в абсолютированном этиловом спирте в присутствии индикатора. При этом определяют частичное кислотное число, соответствующее нейтрализации всех карбоксильных групп полиэфира, свободных кислот и половины свободных ангидридов, содержащихся в 1 г полиэфирной смолы.

2.2. Проведение анализа

Около 0,5—1 г смолы, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу и приливают пипеткой 50 мл растворителя, указанного в п. 1.1*а* или 1.1*б*. Закрыв колбу пробкой, круговым вращением полностью растворяют смолу. Если смола в течение 5 мин не растворится или растворится неполностью, то берут новую навеску и растворяют ее в смеси, состоящей из 50 мл растворителя, указанного в п. 1.1*а* или 1.1*б*, и 25 мл ацетона После полного растворения смолы, в колбу добавляют 5 капель индикатора тимолового синего и титруют содержимое колбы 0,1 н. спиртовым раствором едкого кали до перехода окраски из желтой в синюю. Синяя окраска должна сохраняться в течение 15—20 с. Параллельно в тех же условиях и с теми же растворителями, но без навески смолы, проводят контрольный опыт. Анализ проводят под тягой.

2.3. Обработка результатов

Частичное кислотное число (X) в миллиграммах КОН на 1г вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot 5,61}{m},$$

где V—объем точно 0,1 н. спиртового раствора едкого кали, израсходованный на титрование навески смолы, мл;

V_0—объем точно 0,1 н. спиртового раствора едкого кали, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл;

5,61—масса едкого кали, содержащаяся в 1 мл точно 0,1 н. раствора едкого кали, мг;

m—масса навески смолы, г.

3. Метод определения полного кислотного числа

3.1. Сущность метода

Сущность метода определения полного кислотного числа заключается в нейтрализации раствора полиэфирной смолы водным раствором едкого кали в присутствии индикатора. При этом определяют полное кислотное число, соответствующее нейтрализации всех концевых карбоксильных групп полиэфира, свободных кислот и ангидридов, находящихся в 1 г полиэфирной смолы.

3.2. Проведение анализа

Около 0,5—1 г смолы, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу и приливают пипеткой 50 мл растворителя, указанного в п. 1.1*в*. Закрыв колбу пробкой, круговым вращением полностью растворяют смолу. После полного растворения смолы в колбу добавляют 5—6 капель индикатора фенолфталеина и титруют содержимое колбы 0,1 н. водным раствором едкого кали до появления устойчивой розовой окраски. Анализ проводят под тягой.

3.3. Обработка результатов

Полное кислотное число (X_1) в миллиграммах КОН на 1 г вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 5{,}61}{m},$$

где V—объем точно 0,1 н. водного раствора едкого кали, израсходованный на титрование навески смолы, мл;

5,61—масса едкого кали, содержащаяся в 1 мл точно 0,1 н. раствора едкого кали;

m—масса навески смолы, г.

3.4. За результат анализа при определении частичного и полного кислотного числа принимают среднее арифметическое двух определений, вычисленных с погрешностью не более 0,1 мг КОН на 1 г, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать более 2%.

3.5. Результаты анализа записывают в протокол, который должен содержать следующие данные:

а) наименование показателя (полное или частичное кислотное число);

б) наименование и марку смолы;

в) наименование растворителя;

г) обозначение нормативно-технической документации;

д) условия проведения анализа;

е) количество и результаты анализа, среднее арифметическое значение кислотного числа;

ж) дату испытания;

з) обозначение настоящего стандарта.

Изменение № 1 ГОСТ 22304—77 Смолы полиэфирные ненасыщенные. Методы определения кислотного числа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.07.85 № 2157 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2209.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «Стандарт соответствует международному стандарту ИСО МС 2114—74 в части, касающейся метода определения частичного кислотного числа».

Пункт 1.1. Четвертый, пятый абзацы изложить в новой редакции: «колбы Кн-1—100—19/26 ТС;

Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82»;

шестой абзац. Заменить слова: «калия гидрат окиси (едкое кали), х. ч. и ч. д. а., 0,1 н. раствор в абсолютированном спирте» на «спиртовой раствор гидроокиси калия по ГОСТ 24363—80, концентрации с (КОН) = 0,1 моль/$дм^3$»; «0,1 н. водный раствор» на «водный раствор гидроокиси калия концентрации с (КОН) = 0,1 моль/$дм^3$»;

заменить ссылки: ГОСТ 5789—69 на ГОСТ 5789—78, ГОСТ 2603—71 на ГОСТ 2603—79.

Пункт 2.2. Заменить слова: «0,1 н. спиртовым раствором едкого кали» на «спиртовым раствором гидроокиси калия концентрации с (КОН) = 0,1 моль/$дм^3$».

Пункт 2.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем точно 0,1 моль/$дм^3$ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование навески смолы, $см^3$;

V_0 — объем точно 0,1 моль/$дм^3$ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование контрольного опыта, $см^3$;

5,61 — масса гидроокиси калия, содержащаяся в 1 $см^3$ точно 0,1 моль/$дм^3$ раствора гидроокиси калия, мг;

m — масса навески смолы, г».

(Продолжение см. с. 262)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22304—77)

Пункт 3.1. Заменить слова: «едкого кали» на «гидроокиси калия».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,1 н. водным раствором едкого кали» на «водным раствором гидроокиси калия концентрации c (KOH) = 0,1 моль/дм³».

Пункт 3.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем точно 0,1 моль/дм³ водного раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование навески смолы, см³;

5,61 — масса гидроокиси калия, содержащаяся в 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, мг;

m — масса навески смолы, г».

(ИУС № 10 1985 г.)

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *З. И Абашева*

Подп. в печ. 15.03.77 0,5 п. л. 0,31 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва. Д-557, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 302