25261-82

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЛИЭФИРЫ ПРОСТЫЕ И СЛОЖНЫЕ ДЛЯ ПОЛИУРЕТАНОВ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 25261—82
(СТ СЭВ 2978—81)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

П. И. Селиверстов, Б. М. Булыгин, Л. Н. Швецова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Зам. Министра Е. Ф. Власкин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 мая 1982 г. № 1951

УДК 678.674.01:543.8:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЛИЭФИРЫ ПРОСТЫЕ И СЛОЖНЫЕ ДЛЯ ПОЛИУРЕТАНОВ

Метод определения гидроксильного числа

Polyethers and polyesters for polyurethanes. Method of Hydroxyl value determination.

ГОСТ 25261—82

(СТ СЭВ 2978—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 мая 1982 г. № 1951 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1990 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на простые и сложные полиэфиры для полиуретанов и устанавливает метод определения гидроксильного числа.

Сущность метода заключается во взаимодействии ОН-групп простых полиэфиров с ангидридом фталевой кислоты, а сложных полиэфиров — с ангидридом уксусной кислоты, гидролизе непрореагировавших ангидридов и последующем титровании фталевой или уксусной кислоты раствором гидроокиси калия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2978—81.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор и подготовку проб проводят по нормативно-технической документации на конкретный вид продукции.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Баня жидкостная.

Колба КнКШ-250—29/32 ТС ГОСТ 10394—72.

Холодильник типа ХПТ-КШ, длиной 400 или 600 мм.

Цилиндр 3—25 ГОСТ 1770—74.

Пипетка 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25 ГОСТ 20292—74.

Бюретка 3—2—50—0,2, 3—2—100—0,2 ГОСТ 20292—74.

Ангидрид фталевый по ГОСТ 5869—77, ч. д. а.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77, ч. д. а., свежеперегнанный (фракция с пределом кипения 136—140°С).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1982

Пиридин по ГОСТ 13647—78, ч. д. а., свежеперегнанный (фракция с пределом кипения 114—116°С), с массовой долей воды не более 0,1%.

Смесь для фталирования, смесь готовят следующим образом: 14 г фталевого ангидрида растворяют в 100 см³ пиридина. Смесь хранят в сосуде из темного стекла.

Смесь для ацетилирования, смесь готовят следующим образом: обезвоженный уксусный ангидрид и пиридин смешивают в объемном соотношении 1 : 3. Смесь хранят в сосуде из темного стекла не более 2 сут.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а., 0,5 н. (моль/дм³) раствор в воде и 0,5 н. (моль/дм³) в метаноле.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

Метанол—яд по ГОСТ 6995—77, ч. д. а.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Анализ простых полиэфиров

Пробу полиэфира взвешивают в конической колбе с погрешностью не более 0,001 г.

Массу навески полиэфира в зависимости от величины ожидаемого гидроксильного числа выбирают по табл. 1.

Таблица 1

Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески простого полиэфира, г	Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески простого полиэфира, г
От 20 до 30	От 19 до 21	Св. 200 до 250	От 2,0 до 2,4
Св. 30 » 40	» 13 » 15	» 250 » 300	» 1,8 » 2,0
» 40 » 50	» 11 » 13	» 300 » 370	» 1,4 » 1,6
» 50 » 60	» 8 » 10	» 370 » 450	» 1,2 » 1,4
» 60 » 80	» 6,5 » 7,5	» 450 » 600	» 0,9 » 1,1
» 80 » 120	» 4,5 » 5,5	» 600 » 800	» 0,6 » 0,8
» 120 » 160	» 3,0 » 4,0	» 800 » 1000	» 0,5 » 0,7
» 160 » 200	» 2,6 » 3,0		

В колбу добавляют пипеткой 25 см³ смеси для фталирования, раствор перемешивают, присоединяют обратный холодильник и нагревают в бане с температурой (115±2)°С в течение 1 ч. После нагревания колбу вместе с холодильником вынимают из бани и охлаждают на воздухе до комнатной температуры. Конденсат, оставшийся в холодильнике, смывают в колбу при помощи 15 см³ пиридина. Затем снимают холодильник, добавляют 5 капель фе-

нолфталеина и титруют содержимое колбы 0,5 н. (моль/дм³) раствором гидроокиси калия до появления устойчивой розовой окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях.

3.2. Анализ сложных полиэфиров

Пробу полиэфира взвешивают в конической колбе с погрешностью не более 0,001 г.

Массу навески полиэфира в зависимости от величины ожидаемого гидроксильного числа выбирают по табл. 2. Если навеска более 2,5 г, ее предварительно растворяют в 5 см³ пиридина.

Таблица 2

Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески сложного полиэфира, г	Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески сложного полиэфира, г
От 20 до 30	От 6,0 до 8,0	Св. 100 до 150	От 1,8 до 2,0
Св. 30 » 40	» 5,0 » 7,0	» 150 » 200	» 1,3 » 1,5
» 40 » 50	» 4,5 » 5,5	» 200 » 300	» 0,7 » 0,9
» 50 » 60	» 3,7 » 4,2	» 300 » 400	» 0,4 » 0,6
» 60 » 80	» 3,3 » 3,7	» 400 » 600	» 0,25 » 0,35
» 80 » 100	» 2,3 » 2,7	» 600 » 1000	» 0,15 » 0,25

В колбу добавляют пипеткой 5 см³ смеси для ацетилирования, перемешивают раствор, присоединяют обратный холодильник и нагревают в бане при (95—100)°С в течение 1 ч. По истечении времени охлаждают до 60°С и добавляют через холодильник 10 см³ дистиллированной воды, осторожно перемешивают и продолжают нагревание еще в течение 10 мин. После нагревания колбу вместе с холодильником вынимают из бани и охлаждают на воздухе до комнатной температуры. Конденсат, оставшийся в холодильнике, смывают в колбу при помощи 15 см³ ацетона. Затем снимают холодильник, добавляют 5 капель фенолфталеина и титруют содержимое колбы 0,5 н. (моль/дм³) раствором гидроокиси калия до розовой окраски, сохраняющейся в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях.

Для полиэфиров высокой молекулярной массы, нерастворяющихся в водном растворе гидроокиси калия, используют метанольный раствор гидроокиси калия.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Гидроксильное число (X) в миллиграммах КОН на грамм полиэфира вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \cdot 56{,}1}{m} + X_1,$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, $см^3$;

V_2 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование анализируемого полиэфира, $см^3$;

c — фактическая молярная концентрация, эквивалентная (фактическая нормальность) раствору гидроокиси калия, моль/$дм^3$;

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

m — масса навески полиэфира, г;

X_1 — кислотное число анализируемого полиэфира, мг КОН/г, определяют по ГОСТ 25210—82.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Результат записывают с точностью до:

0,1 мг КОН при гидроксильном числе до 100 мг КОН/г и 1 мг КОН при гидроксильном числе свыше 100 мг КОН/г.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений в зависимости от гидроксильного числа не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Простые полиэфиры		Сложные полиэфиры	
Гидроксильное число, мг КОН/г	Допускаемые расхождения, мг КОН/г	Гидроксильное число, мг КОН/г	Допускаемые расхождения, мг КОН/г
От 20 до 50	1	До 100	5
Св. 50 „ 100	2	Св. 100 „ 500	10
„ 100 „ 200	4	„ 500	15
„ 200 „ 300	7		
„ 300 „ 500	10		
„ 500 „ 1000	20		

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 17.06.82 Подп. в печ. 17.06.82 0,5 п. л. 0,28 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 641