ГОСТ 25523—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОТВЕРДИТЕЛИ АНГИДРИДНЫЕ ДЛЯ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕГО КИСЛОТНОГО ЧИСЛА, КИСЛОТНОГО ЧИСЛА КИСЛОТЫ И ИХ СООТНОШЕНИЯ

Издание официальное

БЗ 12—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.686.043:543.06:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОТВЕРДИТЕЛИ АНГИДРИДНЫЕ ДЛЯ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Методы определения общего кислотного числа, кислотного числа кислоты и их соотношения

ГОСТ 25523—82

Epoxy anhydride hardeners. Methods for determination of total acid number of acid and their relation

МКС 83.040.30

Дата введения 01.01.84

Настоящий стандарт устанавливает методы определения общего кислотного числа, кислотного числа кислоты и их соотношения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. РЕАКТИВЫ, ПОСУДА, ПРИБОРЫ

Диметилформамид по ГОСТ 20289, х.ч.

Анилин по ГОСТ 5819, ч.д.а., свежеперегнанный.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. или ч.д.а., раствор 0,1 моль/дм³.

Тимоловый синий (индикатор), 1 %-ный раствор в диметилформамиде.

Натрий металлический по ГОСТ 3273.

Метанол-яд технический по ГОСТ 2222, высший или первый сорт, абсолютированный (см. приложение).

Кислота бензойная по ГОСТ 10521, х.ч.

Метилат натрия, раствор 0,1 моль/дм³ в метаноле, готовят следующим образом: 3 г чистого натрия, свободного от окисной пленки, осторожно растворяют в 100 см³ метанола, предохраняя раствор от доступа углекислого газа из воздуха с помощью хлоркальциевой трубки, заполненной натронной известью или аскаритом. После полного растворения раствор разбавляют метанолом до 1 дм³ и переносят в бюретку со склянкой. Бюретка снабжена хлоркальциевой трубкой. Титр раствора определяют по бензойной кислоте в присутствии индикатора тимолового синего.

Бюретки 7—2—10 и 3—2—25—0,1 по нормативно-технической документации.

Колба К-1—1000—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336 с пробками.

Холодильник ХШ-1—300—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—1—5 по нормативно-технической документации.

Цилиндры 1—10, 50 по ГОСТ 1770.

Трубка ТХ-П-2 по ГОСТ 25336, заполненная натронной известью или аскаритом.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Баня водяная.

Стаканы В-1—150 ТС по ГОСТ 25336 или стаканы В-2—150 ТС по ГОСТ 25336.

pH-метр лабораторный с парой электродов стекло-каломель.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1983
© ИПК Издательство стандартов, 2004

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

2.1. Сущность метода

Сущность метода определения общего кислотного числа заключается в титровании раствором щелочи свободных карбоксильных групп, присутствующих в отвердителе, и карбоксильных групп, образовавшихся в процессе гидролиза ангидрида в среде диметилформамида.

2.2. Отбор проб

Отбор проб — по нормативно-технической документации на продукцию.

2.3. Проведение анализа

0,1000—0,2000 г анализируемого отвердителя помещают в колбу, растворяют в 30 см³ диметилформамида, приливают 10 см³ дистиллированной воды и проводят гидролиз, как указано в таблице или в нормативно-технической документации на анализируемый отвердитель.

Наименование отвердителя	Время гидролиза, мин	
	при нагревании	без нагревания
Полиангидриды алифатических двухосновных кислот:		
полиангидрид себациновой кислоты (УП-607), полиэфирполиангидрид адипиновой кислоты (УП-0624, УП-0625, УП-0626)	60	—
Ароматические ангидриды:		
диангидрид бензофенонтетракарбоновой кислоты (ДАБФТКК), пиромеллитовый диангидрид (ПДА), фталевый (ФА)	—	20
Алициклические ангидриды:		
малеиновый (МА), эндиковый (ЭА), изометилтетрагидрофталевый вид 3 (Изо-МТГФА), 4-метилтетрагидрофталевый (МТГФА), тетрагидрофталевый (ТГФА), гексагидрофталевый (ГГФА), метилгексагидрофталевый (МГГФА), изометилтетрагидрофталевый модифицированный (МЭА-611)	—	20
метилэндиковый (МЭА-610)	60	—
Олигомерные ангидриды:		
изометилтетрагидрофталевый, модифицированный сополимером МА со стиролом (УП-0635 С 50)	30	—
изометилтетрагидрофталевый, модифицированный сополимером МА с дициклопентадиеном (УП-0635 Д 50), изометилтетрагидрофталевый, модифицированный сополимером МА с метилметакрилатом (УП-0635 М 50)	60	—

При проведении гидролиза при нагревании колбу соединяют с холодильником, ставят на кипящую водяную баню и выдерживают в течение времени, указанного в таблице. Затем выключают обогрев, поднимают колбу и после охлаждения холодильник смывают 30 см³ смеси диметилформамида и воды (3:1).

В колбу вносят 3—4 капли индикатора тимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия до появления ярко-синей окраски, устойчивой в течение 15 с. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без отвердителя.

При недостаточно четком переходе окраски индикатора в эквивалентной точке проводят потенциометрическое титрование.

Для этого после гидролиза образца холодильник смывают 30 см³ диметилформамида. Содержимое колбы переносят в стакан для титрования с помощью диметилформамида и титруют раствором концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм³ до наибольшего изменения потенциала индикаторного электрода (~ 25—60 мВ), добавляя титрант по 0,2 см³.

2.4. Обработка результатов

Общее кислотное число (X) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 5{,}6}{m},$$

где V, V_1 — объем точно 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование отвердителя и контрольного опыта, соответственно, см^3;

m — масса отвердителя, г;

5,6 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 точно 0,1 моль/дм^3 раствора титранта, мг.

Общее кислотное число (A) в мэкв. КОН/г вычисляют по формуле

$$A = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m},$$

где M — молярная концентрация раствора титранта, мэкв/см^3.

2.3, 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧАСТИЧНОГО КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

3.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в титровании раствором щелочи после реакции отвердителя с анилином (свободных карбоксильных групп и карбоксильных групп, образовавшихся в результате реакции) — метод 1 или титрованием раствором метилата натрия — метод 2.

3.2. Отбор проб

Отбор проб — по нормативно-технической документации на продукцию.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Метод 1

0,1000—0,2000 г анализируемого отвердителя помещают в колбу и растворяют в 15 см^3 диметилформамида, прибавляют 5 см^3 анилина, тщательно перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 1 ч или времени, указанном в нормативно-технической документации на отвердитель. Затем в колбу вносят 3—4 капли индикатора тимолового синего и титруют раствором гидроокиси натрия до появления ярко-синей окраски. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без отвердителя.

При недостаточно четком переходе окраски индикатора в эквивалентной точке проводят потенциометрическое титрование.

3.3.2. Метод 2

0,1000—0,2000 г анализируемого отвердителя помещают в колбу и растворяют в 15 см^3 диметилформамида. Затем в колбу вносят 3—4 капли индикатора тимолового синего и титруют раствором метилата натрия до появления ярко-синей окраски. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без отвердителя.

При недостаточно четком переходе окраски индикатора в эквивалентной точке проводят потенциометрическое титрование.

3.4. Обработка результатов

Частичное кислотное число после реакции с анилином (X_1) в мг КОН/г и (В) в мэкв. КОН/г вычисляют по формулам, указанным в п. 2.4, соответственно.

Частичное кислотное число при титровании метилатом натрия (X_2) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 5{,}6}{m},$$

где V_2, V_3 — объем точно 0,1 моль/дм^3 раствора метилата натрия, израсходованный на титрование отвердителя и контрольного опыта, соответственно, см^3;

m — масса отвердителя, г;

5,6 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 точно 0,1 моль/дм^3 раствора титранта, мг.

Частичное кислотное число при титровании метилатом натрия (В) в мэкв. КОН/г вычисляют по формуле

$$B = \frac{(V_2 - V_3) \cdot M}{m}.$$

3.3.1—3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5. При возникновении разногласий в оценке частичного кислотного числа анализ проводят по методу 2.

3.6. За результат анализа при определении общего и частичного кислотного числа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное до целого числа, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 мг KOH/г при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

При выражении результата анализа в мэкв. KOH/г допускаемое расхождение между двумя определениями не должно превышать 0,2 мэкв. KOH/г.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата определения общего и частичного кислотного числа ± 5 мг KOH/г или ± 0,1 мэкв. KOH/г при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА КИСЛОТЫ И ЕГО ДОЛИ В ОБЩЕМ КИСЛОТНОМ ЧИСЛЕ

4.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в определении кислотного числа кислоты по разности удвоенного частичного кислотного числа и общего кислотного числа.

Кислотное число кислоты (X_3) в мг KOH/г и (X_4) в мэкв. KOH/г вычисляют по формулам

$$X_3 = 2X_1 - X \text{ или } X_3 = 2X_2 - X;$$

$$X_4 = 2B - A,$$

где A — общее кислотное число, определяемое по п. 2.4;

B — частичное кислотное число, определяемое по п. 3.4.

4.2. Доля кислотного числа кислоты в общем кислотном числе (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{X_3 \cdot 100}{X}.$$

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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

наименование определяемого показателя;

наименование отвердителя, его марку и обозначение нормативно-технической документации;

условия проведения анализа;

результаты параллельных определений и их среднее арифметическое значение;

дату проведения анализа;

обозначение настоящего стандарта.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ПРИГОТОВЛЕНИЕ БЕЗВОДНОГО МЕТАНОЛА

Безводный метанол получают обработкой его метилатом магния, который, реагируя с водой, находящейся в метаноле, дает гидроокись магния.

В круглодонную колбу вместимостью 1 $дм^3$, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г магния в стружках, 0,5 г йода и вливают 250—300 $см^3$ метанола. При этом происходит энергичное выделение водорода. Если водород выделяется слабо, то смесь слегка нагревают на водяной бане до тех пор, пока весь магний превратится в метилат магния.

Затем через верхнюю часть холодильника приливают в колбу 500—600 $см^3$ метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Безводный метанол перегоняют, используя елочный дефлегматор. В склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую в пределах 64,0—65,5 °С. При перегонке применяют все меры предосторожности против попадания влаги воздуха в метанол.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.11.82 № 4467**

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	Разд. 1
ГОСТ 2222—95	Разд. 1
ГОСТ 3273—75	Разд. 1
ГОСТ 4328—77	Разд. 1
ГОСТ 5819—78	Разд. 1
ГОСТ 6709—72	Разд. 1
ГОСТ 10521—78	Разд. 1
ГОСТ 20289—74	Разд. 1
ГОСТ 24104—88	Разд. 1
ГОСТ 25336—82	Разд. 1

4. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

5. **ИЗДАНИЕ (март 2004 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 10—88)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 22.03.2004. Подписано в печать 01.04.2004. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60. Тираж 132 экз. С 1670. Зак. 370.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http: //gost.e-ecolog.ru mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru