ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 50490— 2015 (ИСО 2554:1997)

ПЛАСТМАССЫ

Смолы полиэфирные ненасыщенные Определение гидроксильного числа

ISO 2554:1997
Plastics — Unsaturated polyester resins — Determination of hydroxyl value
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ВНИИ СМТ) совместно с Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик», Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» и Открытым акционерным обществом «Институт пластмасс имени Г.С.Петрова» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы, методы их испытаний»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 ноября 2015 г. № 1870-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 2554:1997 «Пластмассы. Ненасыщенные полиэфирные смолы. Определение гидроксильного числа» (ISO 4895: 1997 «Plastics — Unsaturated polyester resins — Determination of hydroxyl value»). При этом дополнительные слова, фразы, показатели, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации, выделены курсивом

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р 50490—93 (ИСО 2554—74)

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ

Смолы полиэфирные ненасыщенные Определение гидроксильного числа

Plastics. Unsaturated polyester resins. Determination of hydroxyl value

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения гидроксильного числа ненасыщенных полиэфирных смол.

Фактически этим методом определяют разницу между гидроксильным числом и кислотным числом, поэтому для того, чтобы вычислить гидроксильное число, необходимо отдельно определить полное кислотное число.

Примечание — Этим методом также можно определить гидроксильное число насыщенных полиэфирных смол (например, используемых для изготовления полиуретанов и полимерных пластификаторов), а также некоторых типов алкидных смол.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 22304—2015 (ISO 2114:2000) Смолы полиэфирные ненасыщенные. Методы определения кислотного числа *(ISO 2114:2000 «Пластмассы. Ненасыщенные полиэфирные смолы. Определение частичного и полного кислотного числа», MOD)*

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия (ИСО 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний», NEQ)

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **гидроксильное число:** Количество миллиграммов гидроокиси калия, необходимое для нейтрализации уксусной кислоты, которая будет образовываться при ацетилировании 1 г ненасыщенной полиэфирной смолы.

3.2 **кислотное число:** Количество миллиграммов гидроокиси калия, необходимое для нейтрализации 1 г *смолы*.

3.3 **полное кислотное число:** Количество гидроокиси калия в миллиграммах, необходимое для нейтрализации всех концевых карбоксильных групп полиэфира, свободных кислот и всех свободных ангидридов, содержащихся в 1 г смолы.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в ацетилировании гидроксильных групп ангидридом уксусной кислоты в растворе смолы в этилацетате в присутствии толуол-4-сульфокислоты в качестве катализатора. Избыток ангидрида уксусной кислоты гидролизуется смесью пиридина и воды, а полученная уксусная кислота оттитровывается *стандартным титрованным раствором* гидроокиси калия в метаноле.

В процессе титрования свободные кислотные и ангидридные группы, имеющиеся в смоле, также нейтрализуются гидроокисью калия. Значение гидроксильного числа вычисляют с учетом полного кислотного числа, определенного по ГОСТ 22304.

5 Реактивы

5.1 Ацетилирующий раствор уксусного ангидрида в этилацетате концентрации приблизительно 1 моль/дм^3: растворяют 1,4 г чистой сухой толуол-4-сульфокислоты в 111 см^3 безводного этилацетата. После полного растворения медленно добавляют при перемешивании 12 см^3 свежеперегнанного ангидрида уксусной кислоты. Полученный раствор хранят в условиях окружающей среды.

5.2 Этилацетат безводный.

5.3 Смесь пиридина с *дистиллированной* водой в соотношении 3 : 2 (по объему): смешивают три объема пиридина с двумя объемами *дистиллированной* воды.

Предупреждение — Пиридин — токсичное вещество. Не следует вдыхать его пары, следует избегать любого контакта с кожей и глазами. Работу проводят в вытяжном шкафу или в хорошо проветриваемом помещении.

5.4 Смесь 1-бутанола с толуолом в объемном соотношении 2:1:смешивают два объема 1-бутанола с одним объемом толуола.

5.5 Смесь растворов индикаторов:

смешивают три объема 0,1%-го раствора тимолового синего в этаноле и один объем 0,1%-го раствора крезолового красного в этаноле.

5.6 Гидроокись калия, титрованный раствор концентрации 0,5 моль/дм^3 в метаноле.

5.7 *Используют только реактивы квалификации не ниже ч.д.а и дистиллированную воду по ГОСТ 6709.*

6 Аппаратура

6.1 Коническая колба вместимостью 250 см^3 с притертой стеклянной пробкой *по ГОСТ 25336.*

6.2 Магнитная мешалка с перемешивающим стержнем, покрытым коррозионно-стойким материалом (например, фторопластом).

6.3 Бюретка вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,05 см^3. *Допускается использовать бюретку вместимостью 50 см^3 с ценой деления 0,1 см^3 по ГОСТ 29251.*

6.4 Водяная баня, обеспечивающая температуру (50 ± 1) °С.

6.5 Пипетки вместимостью 5 и 10 см^3 (для ацетилирующего раствора) *по ГОСТ 29169.*

6.6 Аппаратура для потенциометрического титрования: потенциометр, оборудованный системой каломельный электрод сравнения/стеклянный электрод, со штативом для титрования.

6.7 Весы, обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до третьего десятичного знака.

7 Проведение испытания

В конической колбе вместимостью 250 см^3 (6.1) взвешивают предназначенную для испытания пробу смолы, содержащую приблизительно 5 миллиграмм-эквивалентов ОН (масса испытуемой пробы в граммах = 280/гидроксильное число), результат взвешивания записывают с точностью до 1 мг. Если приблизительное гидроксильное число неизвестно, то проводят предварительные испытания.

В коническую колбу добавляют точно 10 см^3 ацетилирующего раствора (5.1) и *опускают* перемешивающий стержень (6.2). Закрывают коническую колбу пробкой, увлажненной этилацетатом (5.2), и растворяют пробу магнитной мешалкой (6.2). Если образец полностью не растворяется при нагревании, то добавляют еще 5 или 10 см^3 ацетилирующего раствора.

Коническую колбу помещают в водяную баню (6.4) *при температуре* (50 ± 1) °С, осторожно погружая ее приблизительно только на 10 мм, и оставляют на 45 мин. Это время можно сократить, например, до 30 мин или менее, если будет определено, что получаются эквивалентные результаты.

Извлекают коническую колбу из бани, охлаждают, помещают на магнитную мешалку и добавляют 2 см^3 *дистиллированной* воды. Когда раствор будет полностью перемешан, добавляют 10 см^3 смеси пиридина с водой (5.3) и перемешивают в течение 5 мин.

Ополаскивают пробку и внутреннюю поверхность конической колбы 60 см^3 смеси 1-бутанола с толуолом (5.4) и добавляют пять капель смеси растворов индикаторов (5.5).

Продолжают перемешивание и титруют содержимое конической колбы раствором гидроокиси калия в метаноле (5.6). Если наблюдают изменение окраски, добавляют еще одну или две капли смеси растворов индикаторов. При изменении окраски раствора от желтой до бесцветной *или светло-желтой* фиксируют объем V_1 (см^3), использованного раствора гидроокиси калия. Добавляют еще одну каплю раствора гидроокиси калия, цвет индикатора должен стать голубым. Если этого не происходит, то фиксируют показание бюретки и добавляют еще одну каплю смеси растворов индикаторов; продолжают таким образом до тех пор, пока не появится голубая окраска.

Значение V_1, используемое в вычислениях, — это значение, отмеченное до добавления капли, вызывающей появление голубой окраски.

Проводят контрольный опыт в тех же условиях, но без пробы, и отмечают объем использованного раствора гидроокиси калия V_0 (см^3).

Проводят не менее двух определений. Результаты двух определений не должны отличаться друг от друга более, чем на 2 единицы гидроксильного числа. Если это условие не выполняется, то испытание проводят до тех пор, пока результаты двух последовательных определений не будут отвечать этому требованию.

Альтернативный метод состоит в проведении определения потенциометрическим титрованием вместо использования цветного индикатора. Этот метод, который можно использовать во всех случаях, особенно рекомендуется применять для продуктов, имеющих сильную окраску. Применяют каломельный электрод сравнения с мостиком, состоящим из насыщенного раствора хлорида калия в метаноле, и стеклянный электрод, соединенный с pH-метром или с милливольтметром.

8 Обработка результатов

Для каждого из двух определений гидроксильное число HV, *мг КОН/г смолы*, вычисляют по формуле

$$HV = \frac{(V_0 - V_1)\, c\, 56{,}1}{m} + AV, \qquad (1)$$

где V_0 — объем стандартного титрованного раствора гидроокиси калия (5.6), используемого в контрольном опыте, см^3;

V_1 — объем стандартного титрованного раствора гидроокиси калия (5.6), используемого при определении, см^3;

c — точная концентрация используемого стандартного титрованного раствора гидроокиси калия, моль/дм^3;

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

AV — полное кислотное число, определенное по ГОСТ 22304;

m — масса пробы, взятой для испытания, г.

Примечание — Значение ($V_0 - V_1$) может быть как положительным, так и отрицательным.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух определений, округленное до целого числа.

9 Прецизионность

Прецизионность данного метода не известна, т. к. данные межлабораторных испытаний отсутствуют. После получения данных межлабораторных испытаний указание о прецизионности метода будет введено в стандарт.

10 Протокол испытания

В протоколе испытания указывают:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) информацию, необходимую для полной идентификации испытанного продукта;

c) результаты испытания;

d) детали любых операций, не отраженных в настоящем стандарте, а также сведения о любых случаях, которые могут повлиять на результаты;

e) дату и место проведения испытания.

УДК 678.686.001.4:006.354 ОКС 83.080.10

Ключевые слова: пластмассы, ненасыщенные полиэфирные смолы, гидроксильное число, кислотное число, титрование

Редактор *И.А. Косоруков*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.С. Самарина*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 35 экз. Зак. 4285.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru