ГОСТ Р 50490—93
(ИСО 2554—74)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ. СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ НЕНАСЫЩЕННЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

БЗ 1—93/55

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.674.001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ. СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ НЕНАСЫЩЕННЫЕ

Определение гидроксильного числа

Plastics. Unsaturated polyester resins. Determination of hydroxyl value.

ГОСТ Р 50490—93

(ИСО 2554—74)

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.95

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения гидроксильного числа полиэфирных ненасыщенных смол.

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

Примечание. Этим методом также можно определить гидроксильное число ненасыщенных полиэфирных смол (например, полиэфирных смол, используемых при производстве полиуретанов и полимерных пластификаторов) и отдельных типов алкидных смол

2. ССЫЛКА

ГОСТ 22304 «Смолы полиэфирные ненасыщенные. Методы определения кислотного числа».

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Гидроксильное число — количество миллиграммов гидроокиси калия, необходимое для нейтрализации уксусной кислоты, которая будет образовываться при ацетилировании 1 г ненасыщенной полиэфирной смолы.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

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 гидроксила калия в метаноле.

В процессе титрования свободные кислотные группы, имеющиеся в смоле, также нейтрализуются гидроокисью калия. Конечное значение гидроксильного числа вычисляют с учетом кислотного числа, определенного отдельно.

5. РЕАКТИВЫ

5.1. Ацетилирующий раствор уксусного ангидрида приблизительно 1М раствор в этилацетате.

Растворяют 1,4 г чистой сухой толуол-4-сульфокислоты в 111 мл безводного этилацетата. После полного растворения медленно добавляют при перемешивании 12 мл свежеперегнанного ангидрида уксусной кислоты и хранят в условиях окружающей среды.

5.2. Этилацетат безводный

5.3. Смесь пиридин/вода 3÷2 (по объему). Смешивают три объема химически чистого пиридина с двумя объемами воды.

5.4. Смесь бутанол-1/толуол 2÷1 (по объему).

5.5. Смесь растворов индикаторов. Смешивают 3 объема 0,1 %-ного раствора тимолового синего в этиловом спирте и 1 объем 0,1 %-ного раствора крезолового красного в этиловом спирте.

5.6. Гидроокись калия 0,5 *N* титрованный раствор в метаноле.

6. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также:

6.1. Коническая колба вместимостью 250 мл с притертой стеклянной пробкой.

6.2. Магнитная мешалка с магнитным стержнем, покрытым коррозионностойким материалом (например, политетрафторэтиленом).

6.3. Бюретка вместимостью 50 мл с ценой деления 0,05 мл.

6.4. Водяная баня, обеспечивающая контролирование температуры в диапазоне (50±1)°С.

6.5. Пипетка вместимостью 10 мл (для ацетилирующего раствора).

6.6. Если необходимо, аппаратура для потенциометрического титрования.

7. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

В конической колбе вместимостью 250 мл (п. 6.1) взвешивают с точностью до 1 мг предназначенную для испытания пробу смолы, содержащую приблизительно 5 миллиэквивалентов ОН (масса пробы в граммах = 280/гидроксильное число).

Примечание Если приблизительное гидроксильное число неизвестно, следует провести предварительные испытания.

В колбу добавляют точно 10 мл ацетилирующего раствора (п. 5.1) и опускают магнитный стержень (п. 6.2). Закрывают коническую колбу пробкой, увлажненной этилацетатом (п. 5.2) и растворяют пробу магнитной мешалкой (п. 6 2).

Примечание Если образец не растворяется полностью при нагревании, можно добавить 5 или 10 мл ацетилирующего раствора

Помещают коническую колбу в водяную баню при температуре (50±1)°С, осторожно погружая только на 10 мм, и оставляют на 45 мин.

Примечание Это время можно сократить, например, до 30 мин или меньше, если будут получены эквивалентные результаты.

Коническую колбу вынимают из бани, охлаждают, помещают на магнитную мешалку и добавляют 2 мл дистиллированной воды. Когда раствор полностью перемешается, добавляют 10 мл смеси пиридин/вода (п. 5.3) и перемешивают в течение 5 мин. Ополаскивают пробку и внутреннюю поверхность конической колбы 60 мл смеси бутанол-1/толуол (п 5.4) и добавляют 5 капель смеси индикаторов (п. 5.5). Продолжают перемешивание и титруют раствором гидроокиси калия в метаноле (п. 5.6). Если наблюдают изменение окраски, добавляют 1—2 капли смеси индикаторов. При изменении окраски раствора от желтой до светло-желтой замечают объем V_1, в миллилитрах, использованного раствора гидроокиси калия. Добавляют еще одну каплю раствора гидроокиси калия Цвет индикатора должен стать голубым. Если этого не происходит, отмечают показания бюретки и добавляют еще одну каплю раствора смеси индикаторов; продолжают таким образом до тех пор, пока раствор не станет голубым.

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

Проводят холостой опыт в тех же условиях, но без пробы, и отмечают объем V_0, в миллилитрах, использованного раствора гидроокиси калия Проводят не менее двух испытаний.

Результаты двух испытаний не должны отличаться друг от друга более чем на 2 единицы гидроксильного числа Если это условие не выполняется, испытание следует проводить до тех пор, пока

результаты двух последовательных определений не будут отвечать указанному требованию.

Примечание. Если возможно, в качестве альтернативы, особенно при наличии сильно окрашенной продукции, титрование в присутствии индикатора заменяют на потенциометрическое титрование. Применяют каломельный электрод с мостиком, состоящим из насыщенного раствора хлористого калия в метаноле, и стеклянный электрод, соединенный с pH-метром или милливольтметром.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Для каждого из двух полученных результатов гидроксильное число вычисляют по формуле

$$\frac{(V_2-V_1)\cdot N\cdot 56,1}{m}+A_n,$$

где

A_n — кислотное число, определенное по ГОСТ 22304[1];

V_1 — объем стандартного титрованного раствора гидроокиси калия, используемого при определении, мл;

V_2 — объем стандартного титрованного раствора гидроокиси калия, используемого в холостом опыте, мл;

N — нормальность стандартного титрованного раствора гидроокиси калия (обычно 0,5 N);

m — масса пробы для испытания, г.

Среднее арифметическое двух полученных значений вычисляют с точностью до единицы.

Примечание. Разность V_2-V_1 может быть положительной или отрицательной.

9. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) полученные результаты и среднее арифметическое;

в) особенности, замеченные в ходе определения;

г) все операции, не указанные в настоящем стандарте или документе, на который дана ссылка, и все случайные факторы, которые могли повлиять на результаты.

---

[1] Следует отметить, что полученные результаты отражают только половину свободных ангидридов.

Для смолы на основе малеиновый ангидрид—гексахлороэндометилентетрагидрофталевая кислота и малеиновый ангидрид—тетрагидрофталевая кислота погрешность очень незначительная;

для смол типа малеиновый ангидрид — ортофталевая кислота погрешность будет несколько больше.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы. Методы их испытаний»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 09.02.93 № 36
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2554—74 «Пластмассы. Смолы полиэфирные ненасыщенные. Определение гидроксильного числа» и полностью ему соответствует

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 22304—77	2, 8

Редактор *В. М. Лысенкина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в набор 24.02.93. Подп. в печ. 12.05.93. Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,30. Тир. 414 экз. С 173.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 126

gost.e-ecolog.ru