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/дм$^3$.

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/дм$^3$ в метаноле, готовят следующим образом: 3 г чистого натрия, свободного от окисной пленки, осторожно растворяют в 100 см$^3$ 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 дм$^3$ 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 см$^3$ диметилформамида, приливают 10 см$^3$ 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 см$^3$ 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 см$^3$ диметилформамида. Содержимое колбы переносят в стакан для титрования с помощью диметилформамида и титруют раствором концентрации $c$ (NaOH) = 0,1 моль/дм$^3$ до наибольшего изменения потенциала индикаторного электрода (~ 25—60 мВ), добавляя титрант по 0,2 см$^3$.

**2.4. Обработка результатов**

Общее кислотное число ($X$) в мг KOH/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 *Н.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 e-mail: gost.e-ecolog.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