

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА
Paint materials. Methods for determination of acid value
ГОСТ 23955-80 (СТ СЭВ 1444-87)
(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)**

Группа Л19

ОКСТУ 2310

(код ОКСТУ введен Изменением N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Разработан Министерством химической промышленности.

Исполнители: Л.П. Лаврищев, М.И. Карякина, Н.В. Майорова, Т.А. Ермолаева, И.А. Полотнюк.

Внесен Министерством химической промышленности.

Член Коллегии В.Ф. Ростунов.

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 января 1980 г. N 322 срок действия установлен с 01.07.1980 до 01.07.1987.

Настоящий стандарт распространяется на лакокрасочные материалы и относящиеся к ним полупродукты и устанавливает методы определения кислотного числа:

метод А - визуального титрования (для светлых материалов);

метод Б - визуального титрования с применением насыщенного раствора хлористого натрия (для темных и окрашенных материалов);

метод В - потенциометрического титрования (для темных и окрашенных материалов, когда неприменим метод Б и при растянутом интервале цветового перехода индикаторов, а также для светлых материалов).

(вводная часть в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб - по ГОСТ 9980.2-86.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Масса пробы исследуемого продукта, в зависимости от ожидаемого кислотного числа, должна быть подобрана по табл. 1 таким образом, чтобы расход раствора гидроокиси калия составлял от 10 до 30 см³.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Таблица 1

| -----Т----- | |
|---|-------|
| Предполагаемое кислотное число, мг КОН/г Масса пробы, г | |
| -----+----- | |
| До 0,10 | 50,00 |
| Св. 0,10 " 0,50 | 20,00 |
| " 0,50 " 3,00 | 15,00 |
| " 3,00 " 10,00 | 10,00 |
| " 10,00 " 25,00 | 5,00 |
| " 25,00 " 50,00 | 2,50 |
| " 50,000 " 150,000 | 1,000 |
| " 150,000 | 0,500 |

Примечания. Исключено с 1 июля 1988 года. - Изменение N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177.

В качестве растворителей применяют ксилол, толуол, раствор этилового спирта с объемной долей 96%, дистиллированную воду, смесь ксилола или толуола и раствор этилового спирта с объемной долей 96% в соотношении 1:1 по объему и добавки раствора хлористого натрия с массовой долей 20%.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Применяемый растворитель и добавки должны быть указаны в действующей нормативно-технической документации на соответствующие лакокрасочные материалы.

2.2. При определении кислотных чисел специальных смывок и растворителей, находящихся в хранилищах (складах), отобранную пробу перед проведением анализа предварительно нагревают в конической колбе вместимостью 250 см³ в течение 30 мин на водяной бане при (40 +/- 2) °С (для удаления растворенных газов).

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

2.3. При определении кислотного числа смывки АФТ-1 анализируемую пробу предварительно нагревают на водяной бане с воздушным холодильником при 30 - (40 +/- 2) °С до получения прозрачного раствора. В качестве растворителя применяют раствор этилового спирта с объемной долей 96%, предварительно нагретый до 40 °С (на водяной бане).

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

2.4. При определении кислотного числа лаков или олиф с добавкой низкомолекулярных каучуков навеску лака или олифы растворяют в 50 см³ смеси этилового спирта и толуола и добавляют 15 - 20 см³ хлороформа.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА МЕТОДОМ ВИЗУАЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ (МЕТОД А)

3.1. Сущность метода

Метод заключается в титровании раствора испытуемого материала раствором гидроксида калия в присутствии индикатора и визуальном определении конечной точки титрования по измерению окраски раствора.

(п. 3.1 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 200 - 300 см³ по ГОСТ 25336-82.

Бюретки 1-2-25-0,1; 1-2-50-0,1; 7-2-10 по ГОСТ 20292-74.

Микробюретки по ГОСТ 20292-74 вместимостью 2 и 10 см³ с ценой деления не более 0,02 см³, применяют при расходе щелочи на титрование менее 10 см³ и при определении кислотного числа растворителей.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер по ГОСТ 5072-79.

Ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, обработанная для удаления углекислоты по ГОСТ 4517-87.

Ксилол чистый каменноугольный по ГОСТ 9880-76 или ксилол нефтяной технический по ГОСТ 9410-78.

Толуол каменноугольный по ГОСТ 9880-76 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710-78.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Тимолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Нитразиновый желтый (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,5%.

Допускается применение других индикаторов, если это указано в нормативно-технической документации на испытуемый материал.

При анализе ненасыщенных полиэфирных смол допускается применять в качестве индикатора нитразиновый желтый (переход окраски от желтой к сине-фиолетовой).

Смесь растворителей - толуола (или ксилола) и этилового спирта в соотношениях 2:1 или 1:1 по объему.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87 с объемной долей 96%.

(п. 3.2 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Пробу испытуемого продукта, выбранную по разд. 2, растворяют в 25 - 50 см³ смеси растворителей (см. п. 3.2), если не указан другой растворитель в нормативно-технической документации на лакокрасочный материал, и титруют раствором гидроокиси калия в присутствии 2 - 3 капель фенолфталеина до слаборозовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Если во время титрования образуется осадок, мешающий определить конечную точку титрования, можно увеличить объем растворителя до 150 см³ или добавить 25 см³ ацетона. Если образец не растворяется в указанной в п. 3.2 смеси растворителей, допускается применять другой растворитель или смесь растворителей, нейтральных по отношению к испытуемому материалу. Одновременно титруют контрольную пробу с теми же количествами растворителя (или смеси растворителей, которые были взяты для анализа). Допускается предварительная нейтрализация растворителя (или смеси растворителей) по применяемому индикатору. При использовании предварительно нейтрализованного растворителя (или смеси растворителей) контрольный опыт не проводят.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

3.4. Обработка результатов

Кислотное число (К) в мг КОН/г продукта вычисляют по формуле

$$K = \frac{56,1 \cdot c(V - V_1)}{m}, \quad (1)$$

при титровании аликвотных частей - по формуле

$$K = \frac{56,1 \cdot c(V - V_1)}{m} \cdot \frac{V_2}{V_1}, \quad (2)$$

где V - объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 - объем раствора гидроокиси калия той же концентрации, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

c - концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм³;

m - масса навески испытуемого продукта, г;

V_2 - объем растворителя, взятый для экстракции, см³;

V_3 - объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

56,1 - масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см³ раствора концентрации c(КОН) = 1 моль/дм³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(п. 3.4 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Таблица 2

| -----Т----- | | | | |
|-------------------|--|-----------------------------------|--|----------------------|
| Кислотное число, | | Расхождение между параллельными | | |
| мг КОН/г | | определениями, мг КОН/г, не более | | |
| +-----Т----- | | | | |
| | | | | |
| сходимость | | воспроизводимость | | |
| -----+-----+----- | | | | |
| До 0,3 | | +/- 0,03 | | +/- 0,05 |
| От 0,3 до 1,0 | | +/- 0,05 | | +/- 0,1 |
| От 1,0 до 10,0 | | +/- 0,1 | | +/- 0,2 |
| Свыше 10 | | +/- 3% от полученной | | +/- 5% от полученной |
| величины | | величины | | |

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА МЕТОДОМ ВИЗУАЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ НАСЫЩЕННОГО РАСТВОРА ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ (МЕТОД Б)

4.1. Сущность метода

Метод заключается в добавлении к раствору испытуемого материала насыщенного раствора хлористого натрия, а затем гидроокиси калия, титровании его избытка раствором соляной кислоты и визуальном определении конечной точки титрования по изменению окраски раствора в присутствии индикатора.

(п. 4.1 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 200 - 300 см³ по ГОСТ 25336-82.

Микробюретки по ГОСТ 20292-74 вместимостью 2 и 10 см³ с ценой деления не более 0,02 см³.

Бюретки 1-2-25-0,1; 1-2-50-0,1; 7-2-10 по ГОСТ 20292-74.

Пипетка 2-1-10 по ГОСТ 20292-74.

Термометр по ГОСТ 215-73.

Воздушный холодильник и водяная баня.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Тимолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Щелочной голубой 6Б (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1%.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77, насыщенный водный раствор при $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$, нейтрализованный по фенолфталеину.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, ч.д.а., спиртовые растворы концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ и $c(\text{KOH}) = 0,01$ моль/дм³.

(п. 4.2 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

4.3. Проведение испытаний

4.3.1. Навеску испытуемого продукта, выбранную по п. 2.1, помещают в коническую колбу, растворяют в 25 - 50 см³ нейтрализованного растворителя или смеси растворителей, добавляют 20 см³ насыщенного раствора хлористого натрия, колбу закрывают пробкой и несколько раз встряхивают.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Затем добавляют 3 - 5 капель фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм³, постоянно перемешивая, до получения устойчивой розовой окраски водного раствора. Добавляют аликвотное количество раствора гидроокиси калия, который оттитровывают раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ до исчезновения розовой окраски раствора.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Допускается проведение контрольного опыта. При использовании предварительно нейтрализованного растворителя (или смеси растворителей) контрольный опыт не проводят.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Примечание. При анализе веществ, образующих очень темные и интенсивно окрашенные растворы, допускается:

- 1) уменьшить навеску, указанную в табл. 1;
- 2) применять индикаторы тимолфталеин (переход окраски от бесцветной к синей) и щелочной голубой 6Б (переход окраски от сине-фиолетовой к розовато-коричневой);
- 3) применять прямое визуальное титрование щелочным раствором в среде растворителей без добавок хлористого натрия с использованием вышеуказанных индикаторов и уменьшенных, по сравнению с табл. 1, навесок с обязательным применением микробюреток, если это указано в нормативно-технической документации на испытуемый продукт.

4.3.2. При определении кислотных чисел битумных и асфальтовых лаков навеску лака 1 - 2 г растворяют при нагревании в конической колбе с воздушным холодильником на водяной бане при $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ в 25 - 50 см³ ксилола или толуола, добавляют 50 см³ четыреххлористого углерода и смесь, состоящую из 50 см³ раствора этилового спирта с объемной долей 96% и 15 см³ раствора хлористого натрия с объемной долей 20%. После перемешивания и отстаивания образуется верхний светлый слой. Раствор титруют раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм³ в присутствии 2 - 3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски отстоявшегося слоя, не исчезающей в течение 30 с. В конце титрования в смеси должно быть по объему вдвое больше спирта, чем воды, что достигается дополнительным введением в смесь раствор этилового спирта с объемной долей 96%. Кислотное число рассчитывают по формуле (1).

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

4.3.3. При определении кислотных чисел нитроцеллюлозных лаков и красок навеску лака или краски 25 г взвешивают в колбе с шлифованной пробкой и растворяют в 100 см³ ксилола или толуола. После встряхивания и отстаивания в течение 2 - 3 ч аликвотную часть 10 см³ ксилольного или толуольного слоя, отобранную пипеткой, титруют из микробюретки раствором гидроокиси калия концентрации 0,01 моль/дм³ в присутствии 2 - 3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Кислотное число рассчитывают по формуле (2).

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

4.3.4. При определении кислотного числа грунтовок навеску грунтовки 10 г заливают 100 см³ спирто-толуольной, спирто-ксилольной смеси или горячей воды. После встряхивания и отстаивания в течение 2 - 3 ч аликвотную часть 50 см³ спирто-толуольного, спирто-ксилольного или водного раствора, отобранную пипеткой, титруют раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 или 0,01 моль/дм³ в присутствии 2 - 3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Допускается вместо отстаивания проводить интенсивное перемешивание в течение 1 ч на специальном аппарате для встряхивания с последующей фильтрацией. Кислотное число рассчитывают по формуле (2).

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

4.3.5. При определении кислотного числа электроизоляционных лаков и эмалей навеску лака или эмали 25 г растворяют в 100 см³ толуола или ксилола. После встряхивания и отстаивания в течение 2 - 3 ч аликвотную часть 20 см³ толуольного или ксилольного раствора, отобранную пипеткой, титруют раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 или 0,01 моль/дм³ в присутствии 2 - 3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Кислотное число рассчитывают по формуле (2).

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

4.3.6. При определении кислотного числа водной вытяжки из нитроклея навеску нитроклея 25 г растворяют в 50 см³ горячей дистиллированной воды. После встряхивания и отстаивания в течение 2 - 3 ч аликвотную часть водного слоя, отобранную пипеткой, титруют из микробюретки раствором гидроокиси калия концентрации 0,01 моль/дм³ в присутствии 2 - 3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Кислотное число рассчитывают по формуле (2).

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

4.4. Обработка результатов

Кислотное число (К) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$K = \frac{56,1(V \cdot c - V_1 \cdot 0,1)}{m}, \quad (3)$$

где V - объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 или 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, вместе с добавленным избытком, см³;

V₁ - объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора с добавленным избытком раствора гидроокиси калия, см³;

c - концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм³;

m - масса навески испытуемого продукта, г;

56,1 - масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см³ раствора концентрации c(КОН) = 1 моль/дм³;

0,1 - концентрация соляной кислоты, моль/дм³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(п. 4.4 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА СПОСОБОМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ (МЕТОД В)

5.1. Сущность метода

Метод заключается в титровании раствора испытуемого материала раствором гидроокиси калия и определении точки эквивалентности по показанию потенциометра.

(п. 5.1 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

pH-метр-милливольтметр типа pH-673M или другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Электрод стеклянный или платиновый.

Электрод сравнения каломельный или хлорсеребряный.

Бюретки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 25 и 50 см³.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Мешалка магнитная типа ЭМА, размешиватель мешалки должен быть запаян в стеклянную или полиэтиленовую трубку.

Смесь растворителей или растворитель (см. п. 3.2), нейтрализованные потенциометрически.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации c(КОН) = 0,1 моль/дм³.

(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Стакан стеклянный по ГОСТ 25336-82 вместимостью 150 см³.

(абзац введен Изменением N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

(абзац введен Изменением N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

5.3. Проведение анализа

Навеску испытуемого продукта, подготовленную как указано в разд. 2, помещают в стакан вместимостью 150 см³, растворяют в 25 - 50 см³ нейтрализованного растворителя или смеси растворителей, погружают в раствор электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором гидроокиси калия, снимая показания прибора после каждого добавления титранта. Титрование ведут, уменьшая порции объема титранта по мере приближения к точке эквивалентности. На основании полученных результатов вычерчивают кривую зависимости первой производной от объема прибавляемого титранта

$$\frac{\Delta E}{\Delta V} \text{ от } V,$$

где ΔE - измерение потенциала после каждого прибавления порции объема титранта, мВ;

ΔV - порция объема титранта, см³;

V - объем титранта, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³.

(п. 5.3 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

5.4. Обработка результатов

Кислотное число (К) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$K = \frac{56,1 \cdot V \cdot c}{m}, \quad (4)$$

где V - объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

c - концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм³;

m - масса навески испытуемого продукта, г;

56,1 - масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см³ раствора концентрации c(КОН) = 1 моль/дм³.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(п. 5.4 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)

5.5. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений в зависимости от предполагаемого кислотного числа приведены в табл. 2.

(п. 5.5 в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением Госстандарта СССР от 27.04.1988 N 1177)