

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР
СМОЛЫ ЛАКОВЫЕ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА АЛКИДНЫХ И ПОЛИЭФИРНЫХ СМОЛ
Resins for paint and varnish. Methods for determination of hydroxyl number of alkyd and polyester resins
ГОСТ 26194-84 (СТ СЭВ 4168-83)

Группа Л19

ОКСТУ 2810

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 мая 1984 г. N 1714 срок действия установлен с 01.07.1985 до 01.07.1992.

Разработан Министерством химической промышленности.

Исполнители: Б.С. Петрухин, В.В. Сашевский, А.В. Уваров, В.Г. Гомозова, Л.К. Косарева, М.Л. Мухина.

Внесен Министерством химической промышленности.

Зам. Министра Е.Ф. Власкин.

Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 мая 1984 г. N 1714.

Настоящий стандарт распространяется на смолы лаковые алкидные и ненасыщенные полиэфирные и устанавливает методы определения гидроксильного числа А и Б.

Метод А предназначен для определения гидроксильного числа в алкидных и ненасыщенных полиэфирных смолах.

Метод Б - в ненасыщенных полиэфирных смолах.

Стандарт не распространяется на полиэфирные смолы, применяемые для производства полиуретанов.

Сущность методов заключается в этерификации гидроксильных групп смолы ангидридом уксусной кислоты в присутствии п-толуолсульфокислоты в качестве катализатора с последующим гидролизом излишка ангидрида уксусной кислоты и титрованием полученной свободной уксусной кислоты раствором гидроксида калия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4168-83, МС ИСО 2554-74 и МС ИСО 4629-78.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб - по ГОСТ 9980-80, разд. 2.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

pH-метр с пределами измерения pH от 1 до 14 со стеклянным и каломельным или хлорсеребряным электродами.

Мешалка магнитная.

Колба коническая с шлифованной пробкой типа Кн-1-250-29/32-ТС по ГОСТ 25336-82.

Стакан химический типа В-1-250 ТС по ГОСТ 25336-82.

Термостат, баня водяная (с контактным термометром и реле), обеспечивающая нагрев до 60 °С с погрешностью измерения не

более 1 °С.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Пипетки типа 1-1-2; 2-1-5; 2-1-10 по ГОСТ 20292-74.

Бюретки типа 1-2-50-0,10; 2-2-50-0,10; 3-2-50-0,10 по ГОСТ 20292-74.

Цилиндры типа 1-50; 1-100 по ГОСТ 1770-74.

Холодильник стеклянный обратный по ГОСТ 25336-82.

Секундомер по ГОСТ 5072-79.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный с пределами измерения от 0 до 100 °С и ценой деления шкалы 0,2 °С по ГОСТ 215-73.

Калий фталевокислый кислый ч.д.а.

Этилацетат безводный по ГОСТ 22300-76, ч.д.а.

Метанол - яд по ГОСТ 6995-77, ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-72.

Толуол по ГОСТ 5789-78, ч.д.а.

Спирт бутиловый по ГОСТ 6006-78, ч.д.а.

n-Толуолсульфокислота, ч.д.а.

Ангидрид уксусной кислоты перегнанный по ГОСТ 5815-77, ч.д.а.

Пиридин перегнанный по ГОСТ 13647-78, ч.д.а.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, ч.д.а.

Крезоловый красный (индикатор) по ГОСТ 5849-74.

Тимоловый синий (индикатор).

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850-72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3. МЕТОД А

3.1. Подготовка к анализу

Для проведения анализа готовят следующие смеси и растворы:

раствор фенолфталеина: 10 г фенолфталеина растворяют в 1 дм³ метилового или этилового спирта;

смешанный индикатор: три объемных части метанольного или этанольного раствора тимолового синего с концентрацией 1 г/дм³ смешивают с одной объемной частью такого же раствора крезолового красного с концентрацией 1 г/дм³;

раствор гидроокиси калия в метиловом или этиловом спирте с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³, которая устанавливается титрованием фталевокислого калия в присутствии раствора фенолфталеина или смешанного индикатора;

смесь толуол-бутанол в объемном соотношении 1:2, нейтрализованную раствором гидроокиси калия 0,5 моль/дм³ в присутствии раствора фенолфталеина или смешанного индикатора, или потенциметрически; допускается для алкидных смол объемное соотношение толуол-бутанол 1:1;

смесь пиридин-вода в объемном соотношении 3:1;

ацетилирующая смесь: 4 г n-толуолсульфокислоты растворяют в 100 см³ этилацетата, добавляют при постоянном перемешивании 33 см³ перегнанного уксусного ангидрида; смесь проверяют таким образом, чтобы 5 см³ смеси было достаточно для титрования 40 - 50 см³ раствора гидроокиси калия 0,5 моль/дм³.

3.2. Проведение анализа

В конической колбе взвешивают анализируемую пробу в количестве, содержащем 5 ммоль гидроксильных групп, что соответствует массе навески (m), в граммах, вычисленной по формуле

$$m = \frac{280}{K},$$

где 280 - масса КОН эквивалентная 5 ммольям гидроксильных групп, мг;

K - предполагаемое гидроксильное число, мг КОН/г.

Масса навески не должна превышать 10 г.

Если величина гидроксильного числа неизвестна, в конической колбе взвешивают 2 - 3 г пробы и растворяют в 5 см³ этилацетата.

При плохом растворении пробы допускается нагревание колбы при температуре не выше 50 °С.

После достижения температуры окружающей среды добавляют 5 см³ ацетилирующей смеси и подсоединяют к колбе холодильник. Колбу выдерживают при температуре (50 +/- 1) °С в течение 20 мин, встряхивая ее каждые 5 мин. После этого содержимое колбы охлаждают до температуры окружающей среды, снимают холодильник, добавляют 2 см³ воды, снова подсоединяют холодильник и перемешивают встряхиванием колбы. Через холодильник добавляют 10 см³ смеси пиридин-вода, перемешивают содержимое колбы и оставляют на 5 мин при температуре окружающей среды, после этого добавляют через холодильник 30 см³ смеси толуол-бутанол, снимают холодильник, ополаскивают шлифы холодильника и колбы такой же порцией этой смеси.

Содержимое колбы титруют раствором гидроокиси калия в присутствии одного из индикаторов или потенциметрически.

При применении в качестве индикатора раствора фенолфталеина титрование проводят до появления светло-розовой окраски, при применении смешанного раствора - до розово-фиолетовой.

Потенциметрический метод титрования применяют для испытания темных растворов или для определения гидроксильного числа менее 10.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без анализируемого продукта.

4. МЕТОД Б

4.1. Подготовка к анализу

Приготовление растворов - по п. 3.1, за исключением ацетилирующей смеси, которая готовится следующим образом: 1,4 г п-толуолсульфокислоты растворяют в 111 см³ этилацетата; после полного растворения медленно добавляют при постоянном перемешивании 12 см³ уксусного ангидрида.

4.2. Проведение анализа

Анализ проводят по п. 3.2, за исключением того, что добавляют 10 см³ ацетилирующей смеси, после этого колбу нагревают в течение 45 мин.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Гидроксильное число (X) в мг КОН/г пробы вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C \cdot 56,1}{m} + KЧ,$$

где V_1 - объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

V_2 - объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

m - масса навески анализируемой пробы, г;

C - молярная концентрация раствора гидроокиси калия, моль/дм³;

56,1 - молекулярная масса гидроксида калия, г/моль;

КЧ - кислотное число анализируемого продукта, определенное по ГОСТ 23955-80, мг КОН/г.

5.2. Массовую долю гидроксильных групп (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot 0,0303$$

где X - гидроксильное число анализируемого продукта, мг КОН/г;

0,0303 - коэффициент пересчета на %.

5.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми указывают в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.