

4. 6. 1977 г. Уд. 114С10-81

22304-77



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

4
**СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ
НЕНАСЫЩЕННЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 22304—77

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским институтом пластических масс НПО «Пластмассы»

Генеральный директор В. И. Серенков

Руководители темы: Л. С. Калинина, Е. Л. Татевосян

Исполнители: Н. А. Хачапуридзе, Н. К. Галузкина, З. В. Михайлова,
Л. Н. Седов, Н. Е. Елисеева, Л. Д. Дерюгина

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член коллегии В. Ф. Ростунов

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор А. В. Гличев

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 января 1977 г. № 59

СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ НЕНАСЫЩЕННЫЕ

Методы определения кислотного числа

Unsaturated polyester resins.

Methods for determination of acid value.

ГОСТ

22304—77

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 января 1977 г. № 59 срок действия установлен

с 01.01.1978 г.

до 01.01.1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на ненасыщенные полиэфирные смолы и устанавливает методы определения частичного и полного кислотного числа.

Кислотное число — это количество гидроокиси калия в миллиграммах, необходимое для нейтрализации 1 г смолы.

Стандарт соответствует требованиям международного стандарта ИСО 2114—74 и рекомендации СЭВ РС 3918—73 в части, касающейся метода определения частичного кислотного числа.

1. Аппаратура, реактивы и растворы

1.1. Для определения кислотного числа применяются:

пипетки 2—2—25, 50 по ГОСТ 20292—74;

бюретки 3—2—25 по ГОСТ 20292—74;

колбы КнКш 100—19/26 по ГОСТ 10394—72;

колбы КнКш 250—29/32 по ГОСТ 10394—72;

калия гидрат окиси (каль едкое), х. ч. и ч. д. а; 0,1 н. раствор в абсолютном этиловом спирте (гидрат окиси калия встряхивают в абсолютном этиловом спирте в закрытой склянке при комнатной температуре до растворения, затем оставляют для отстаивания на 1—3 сут, после этого осторожно сливают прозрачный раствор в чистую сухую склянку и хранят ее плотно закрытой в темном месте) и 0,1 н. водный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

тимоловый синий 0,1%-ный раствор в абсолютном этиловом спирте;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850-72, 1%-ный раствор в абсолютном этиловом спирте;

растворители:

а) смесь толуола по ГОСТ 5789-69 или бензола по ГОСТ 5955-75 с абсолютным этиловым спиртом (2:1 по объему);

б) хлороформ по ГОСТ 20015-74, нейтрализованный в присутствии тимолового синего;

ацетон по ГОСТ 2603-71, ч. д. а.;

в) смесь бензола по ГОСТ 5955-75 с этиловым спиртом по ГОСТ 18300-72 (1:1 по объему).

2. Метод определения частичного кислотного числа

2.1. Сущность метода

Сущность метода определения частичного кислотного числа заключается в нейтрализации раствора полиэфирной смолы раствором едкого кали в абсолютном этиловом спирте в присутствии индикатора. При этом определяют частичное кислотное число, соответствующее нейтрализации всех карбоксильных групп полиэфира, свободных кислот и половины свободных ангидридов, содержащихся в 1 г полиэфирной смолы.

2.2. Проведение анализа

Около 0,5—1 г смолы, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу и приливают пипеткой 50 мл растворителя, указанного в п. 1.1а или 1.1б. Закрыв колбу пробкой, круговым вращением полностью растворяют смолу. Если смола в течение 5 мин не растворится или растворится неполностью, то берут новую навеску и растворяют ее в смеси, состоящей из 50 мл растворителя, указанного в п. 1.1а или 1.1б, и 25 мл ацетона. После полного растворения смолы, в колбу добавляют 5 капель индикатора тимолового синего и титруют содержимое колбы 0,1 н. спиртовым раствором едкого кали до перехода окраски из желтой в синюю. Синяя окраска должна сохраняться в течение 15—20 с. Параллельно в тех же условиях и с теми же растворителями, но без навески смолы, проводят контрольный опыт. Анализ проводят под тягой.

2.3. Обработка результатов

Частичное кислотное число (X) в миллиграммах КОН на 1 г вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot 5.61}{m},$$

где V —объем точно 0,1 н. спиртового раствора едкого кали, израсходованный на титрование навески смолы, мл;

V_0 —объем точно 0,1 н. спиртового раствора едкого кали, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл;
 5,61—масса едкого кали, содержащаяся в 1 мл точно 0,1 н. раствора едкого кали, мг;

m —масса навески смолы, г.

3. Метод определения полного кислотного числа

3.1. Сущность метода

Сущность метода определения полного кислотного числа заключается в нейтрализации раствора полиэфирной смолы водным раствором едкого кали в присутствии индикатора. При этом определяют полное кислотное число, соответствующее нейтрализации всех концевых карбоксильных групп полиэфира, свободных кислот и ангидридов, находящихся в 1 г полиэфирной смолы.

3.2. Проведение анализа

Около 0,5—1 г смолы, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу и приливают пипеткой 50 мл растворителя, указанного в п. 1.1а. Закрыв колбу пробкой, круговым вращением полностью растворяют смолу. После полного растворения смолы в колбу добавляют 5—6 капель индикатора фенолфталеина и титруют содержимое колбы 0,1 н. водным раствором едкого кали до появления устойчивой розовой окраски. Анализ проводят под тягой.

3.3. Обработка результатов

Полное кислотное число (X_1) в миллиграммах КОН на 1 г вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 5,61}{m},$$

где V —объем точно 0,1 н. водного раствора едкого кали, израсходованный на титрование навески смолы, мл;

5,61—масса едкого кали, содержащаяся в 1 мл точно 0,1 н. раствора едкого кали;

m —масса навески смолы, г.

3.4. За результат анализа при определении частичного и полного кислотного числа принимают среднее арифметическое двух определений, вычисленных с погрешностью не более 0,1 мг КОН на 1 г, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать более 2%.

3.5. Результаты анализа записывают в протокол, который должен содержать следующие данные:

- наименование показателя (полное или частичное кислотное число);
- наименование и марку смолы;
- наименование растворителя;
- обозначение нормативно-технической документации;
- условия проведения анализа;

- е) количество и результаты анализа, среднее арифметическое значение кислотного числа;
 - ж) дату испытания;
 - з) обозначение настоящего стандарта.
-

Изменение № 1 ГОСТ 22304—77 Смолы полиэфирные ненасыщенные. Методы определения кислотного числа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 08.07.85 № 2157 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2209.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «Стандарт соответствует международному стандарту ИСО МС 2114—74 в части, касающейся метода определения частичного кислотного числа».

Пункт 1.1. Четвертый, пятый абзацы изложить в новой редакции: «колбы Ки-1—100—19/26 ТС;

Ки-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82»;

шестой абзац. Заменить слова: «калия гидрат окиси (едкое кали), х. ч. и ч. д. а., 0,1 н. раствор в абсолютном спирте» на «спиртовой раствор гидроокиси калия по ГОСТ 24363—80, концентрации с (KOH) = 0,1 моль/дм³; «0,1 н. водный раствор» на «водный раствор гидроокиси калия концентрации с (KOH) = 0,1 моль/дм³»;

заменить ссылки: ГОСТ 5789—69 на ГОСТ 5789—78, ГОСТ 2603—71 на ГОСТ 2603—79.

Пункт 2.2. Заменить слова: «0,1 н. спиртовым раствором едкого кали» на «спиртовым раствором гидроокиси калия концентрации с (KOH) = 0,1 моль/дм³».

Пункт 2.3. Эпифразу к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем точно 0,1 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование навески смолы, см³;

V₀ — объем точно 0,1 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

5,61 — масса гидроокиси калия, содержащаяся в 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, мг;

m — масса навески смолы, г».

(Продолжение см. с. 262)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22304—77)

Пункт 3.1. Заменить слова: «едкого кали» на «гидроокиси калия».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,1 н. водным раствором едкого кали» на «водным раствором гидроокиси калия концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³».

Пункт 3.3. Экспликацию к формуле изложить в новой редакции: «где V — объем точно 0,1 моль/дм³ водного раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование навески смолы, см³;

5,61 — масса гидроокиси калия, содержащаяся в 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, мг;

m — масса навески смолы, г».

(ИУС № 10 1985 г.)

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *З. И. Абашева*

Сдано в набор 18.01.77 Подп. в печ. 15.03.77 0,5 п. л. 0,31 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-567, Новопреженский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 302