

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОТВЕРДИТЕЛИ АНГИДРИДНЫЕ ДЛЯ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Методы определения общего кислотного числа,
кислотного числа кислоты и их соотношенияГОСТ
25523—82Epoxy 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/дм³.

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/дм³ в метаноле, готовят следующим образом: 3 г чистого натрия, свободного от окисной пленки, осторожно растворяют в 100 см³ 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 дм³ 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 см³ диметилформамида, приливают 10 см³ 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 себаценовой 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), эндиновый (ЭА), изометилтетрагидрофталевого вид 3 (Изо-МТГФА), 4-метилтетрагидрофталевого (МТГФА), тетрагидрофталевого (ТГФА), гексагидрофталевого (ГГФА), метилгексагидрофталевого (МГГФА), изометилтетрагидрофталевого модифицированный (МЭА-611) метилэндиновый (МЭА-610)	— 60	20 —
Олигомерные ангидриды: изометилтетрагидрофталевого, модифицированный сополимером МА со стиролом (УП-0635 С 50)	30	—
изометилтетрагидрофталевого, модифицированный сополимером МА с дициклопентадиеном (УП-0635 Д 50), изометилтетрагидрофталевого, 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 см³ смеси диметилформамида и воды (3:1).

В колбу вносят 3—4 капли индикатора тимолового синего и титруют раствором гидроксида 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 см³ диметилформамида. Содержимое колбы переносят в стакан для титрования с помощью диметилформамида и титруют раствором концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ до наибольшего изменения потенциала индикаторного электрода (-25 — 60 мВ), добавляя титрант по 0,2 см³.

2.4. Обработка результатов

Общее кислотное число (X) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 5,6}{m},$$

где V, V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование отвердителя и контрольного опыта, соответственно, см³;

m — масса отвердителя, г;

5,6 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ 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/см³.

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 см³ диметилформамида, прибавляют 5 см³ 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 см³ 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 (B) 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/дм³ раствора метилата натрия, израсходованный на титрование отвердителя и контрольного опыта, соответственно, см³;

m — масса отвердителя, г;

5,6 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см³ точно 0,1 моль/дм³ раствора титранта, мг.

Частичное кислотное число при титровании метилатом натрия (B) 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.

С. 4 ГОСТ 25523—82

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 КОН/г при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При выражении результата анализа в мэкв. КОН/г допускаемое расхождение между двумя определениями не должно превышать 0,2 мэкв. КОН/г.

Пределы допускаемого значения суммарной погрешности результата определения общего и частичного кислотного числа ± 5 мг КОН/г или $\pm 0,1$ мэкв. КОН/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 КОН/г и (X_1) в мэкв. КОН/г вычисляют по формулам

$$X_3 = 2X_1 - X \text{ или } X_3 = 2X_2 - X; \\ X_1 = 2B - A,$$

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_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{X_3 \cdot 100}{X}.$$

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.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ БЕЗВОДНОГО МЕТАНОЛА

Безводный метанол получают обработкой его метилатом магния, который, реагируя с водой, находящейся в метаноле, дает гидроксид магния.

В круглодонную колбу вместимостью 1 дм³, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г магния в стружках, 0,5 г йода и вливают 250—300 см³ 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 см³ метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Безводный метанол перегоняют, используя лочный 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. Менцова*
 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://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 105062 Москва, Лялин пер., 6.
 Плр № 080102