

25210-82



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЛИЭФИРЫ ПРОСТЫЕ И СЛОЖНЫЕ ДЛЯ ПОЛИУРЕТАНОВ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 25210—82

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва



РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности
ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. В. Кия—оглу, П. И. Селиверстов, Б. М. Булыгин, Л. Н. Швецова

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Зам. министра Е. Ф. Власкин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 апреля 1982 г. № 1472

Л. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОДУКТЫ И РЕЗИНОАСБЕСТОВЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Группа Л29

ГОСТ 25210—82 Полиэфиры простые и сложные для полиуретанов. Метод определения кислотного числа

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2. Последний абзац	Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77, п. а.).	Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77, п. а. или тимоловый синий 0,1 %-ный раствор в 50 %-ном этиловом спирте.
Пункт 3.2.1. Третий абзац	Высоковязкие полиэфиры для лучшего растворения подогревают до 50—70 °С и полученный раствор охлаждают до комнатной температуры.	Высоковязкие полиэфиры для лучшего растворения подогревают до 50—70 °С, растворяют в ацетоне и полученный раствор охлаждают до комнатной температуры.
Пункт 3.2.1. Четвертый абзац	В раствор добавляют 3—4 капли фенолфталеина и титруют 0,1 н. (моль/дм ³) раствором гидроксида калия до появления розовой окраски, сохраняющейся в течение 30 с.	В раствор добавляют 3—4 капли индикатора фенолфталеина или тимолового синего и титруют 0,1 н. (моль/дм ³) раствором гидроксида калия до появления розовой окраски фенолфталеина или синей окраски тимолового синего, сохраняющихся в течение 30 с.

(ИУС № 9 1991 г.)

ПОЛИЭФИРЫ ПРОСТЫЕ И СЛОЖНЫЕ
ДЛЯ ПОЛИУРЕТАНОВ

Метод определения кислотного числа

Polyethers and polyesters for polyurethanes
Method of acid value determinationsГОСТ
25210—82

(СТ СЭВ 2977—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 апреля 1982 г. № 1472 срок действия установлен *без ограничения срока (пункт 9-91)*
с 01.01. 1983 г.
~~до 01.01. 1990 г.~~

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на простые и сложные полиэфиры для полиуретанов и устанавливает метод определения кислотного числа.

Сущность метода заключается в нейтрализации примесей кислотного характера полиэфира раствором гидроксида калия. Для темнокрашенных полиэфиров применяется потенциметрическое титрование.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2977—81.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор и подготовку проб производят по нормативно-технической документации на соответствующий вид продукции.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Мешалка магнитная.

Колба Кн-КШ-100—29/32ТС ГОСТ 10394—72.

Цилиндр 1—50 или 2—50 ГОСТ 1770—74.

Бюретка 7—2—10 ГОСТ 20292—74.

Стаканы НН-50ТС, НН-100ТС ГОСТ 10394—72.

pH-метр с погрешностью измерения не более 0,05 pH, с комплектом стеклянного и хлорсеребряного электродов.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт.

Аргон по ГОСТ 10157—79 или азот по ГОСТ 9293—74, с массовой долей двуокиси углерода не более 0,005%.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363—80, ч. д. а., 0,01 н. (моль/дм³) и 0,1 н. (моль/дм³) раствор в этиловом спирте. Концентрация раствора контролируется один раз в две недели.

Нильский синий Б (индикатор), 0,1%-ный раствор в 80%-ном этиловом спирте.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а., с добавлением воды до 2%.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77, п. а).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Анализ простых полиэфиров

Пробу полиэфира взвешивают в конической колбе с погрешностью не более 0,001 г и растворяют в соответствующем объеме этилового спирта.

Массу навески полиэфира и объем этилового спирта в зависимости от величины ожидаемого кислотного числа выбирают по табл. 1.

Таблица 1

Кислотное число, мг КОН/г	Масса навески полиэфира, г	Объем этилового спирта, см ³
До 0,05	Св. 4,0 до 8,0	50
Св. 0,05 " 0,10	" 2,0 " 4,0	25
" 0,10 " 0,20	" 1,0 " 2,0	25
" 0,20	" 0,5 " 1,0	25

В раствор добавляют 5—6 капель нильского синего Б. Колбу устанавливают на магнитную мешалку и подводят к поверхности раствора струю аргона (азота) так, чтобы выходящий газ образовывал на поверхности жидкости углубление без брызг. Включают перемешивание и через 2—3 мин. титруют 0,01 н. (моль/дм³) раствором гидроксида калия до перехода окраски от голубой в розово-фиолетовую.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях.

3.2. Анализ сложных полиэфиров

3.2.1. Для визуального титрования пробу полиэфира взвешивают в конической колбе с погрешностью не более 0,001 г и растворяют в соответствующем объеме ацетона.

Массу навески полиэфира и объем ацетона в зависимости от величины ожидаемого кислотного числа выбирают по табл. 2.

Таблица 2

Кислотное число, мг КОН / г	Масса навески полиэфира, г	Объем ацетона, см ³
Св. До 0,5	Св. 7,0 до 10,0	50
0,5 " 1,0	" 5,0 " 7,0	50
" 1,0 " 2,0	" 2,0 " 5,0	50
" 2,0 " 5,0	" 1,0 " 2,0	25
" 5,0 " 10,0	" 0,5 " 1,0	25
" 10,0	" 0,3 " 0,5	25

Высоковязкие полиэфиры для лучшего растворения подогревают до 50—70°C и полученный раствор охлаждают до комнатной температуры.

В раствор добавляют 3—4 капли фенолфталеина и титруют 0,1 н. (моль/дм³) раствором гидроокиси калия до появления розовой окраски, сохраняющейся в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях.

3.2.2. Для потенциометрического титрования навеску полиэфира взвешивают в стакане с погрешностью не более 0,001 г и растворяют в соответствующем объеме ацетона (см. табл. 2). Стакан устанавливают на магнитную мешалку, погружают в раствор электроды рН-метра и титруют 0,1 н. (моль/дм³) раствором гидроокиси калия порциями по 0,1—0,2 см³, записывая каждый раз показание прибора. Титрование заканчивают при рН 9,5—10,0 (по шкале рН) или 700—800 мВ (по шкале милливольт).

По результатам титрования строят график в координатах рН (мВ) — объем титранта (см³). За точку эквивалентности принимают расход раствора гидроокиси калия, соответствующий перегибу на кривой титрования (в случае нескольких перегибов — последнему из них).

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Кислотное число (X) в мг КОН на грамм полиэфира вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование анализируемого полиэфира, см³;

V_2 — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

c — фактическая молярная концентрация эквивалента (фактическая нормальность) раствора гидроокиси калия, моль/дм³;

56,1 — эквивалентная масса гидроксида калия, г/моль;
m — масса навески полиэфира, г.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Результат записывают с точностью до:

0,001 при кислотном числе до 0,1 мг КОН/г и 0,01 при кислотном числе свыше 0,1 мг КОН/г — для простых полиэфиров;

0,01 при кислотном числе до 1,0 мг КОН/г и 0,1 при кислотном числе свыше 1,0 мг КОН/г — для сложных полиэфиров.

Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений в зависимости от кислотного числа не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Простые полиэфиры		Сложные полиэфиры	
Кислотное число, мг КОН/г	Допускаемое расхождение, мг КОН/г	Кислотное число, мг КОН/г	Допускаемое расхождение, мг КОН/г
До 0,05	0,006	До 1	0,07
Св. 0,05 . 0,10	0,013	Св. 1 . 2	0,10
. 0,10 . 0,20	0,030	. 2 . 5	0,20
. 0,20	0,060	. 5	0,40

Редактор А. С. Пиеничная

Технический редактор Г. А. Макарова

Корректор А. Г. Старостин

Сдано в наб. 26.04.82 Подп. в печ. 14.05.82 0,375 п. л. 0,26 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
 Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 538