

(ИСО 2554—74)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

**ПЛАСТМАССЫ.  
СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ НЕНАСЫЩЕННЫЕ  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА**

Издание официальное



ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

БЗ 1—98/55

**ПЛАСТМАССЫ. СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ  
НЕНАСЫЩЕННЫЕ****ГОСТ Р****50490—93****Определение гидроксильного числа****Plastics. Unsaturated polyester resins.  
Determination of hydroxyl value.****(ИСО 2554—74)****ОКСТУ 2209****Дата введения 01.01.95****1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения гидроксильного числа полиэфирных ненасыщенных смол.

Фактически этим методом определяют разницу между гидроксильным числом и кислотным числом. Следовательно, для того, чтобы вычислить гидроксильное число, необходимо отдельно определить кислотное число.

**Примечание.** Этим методом также можно определить гидроксильное число ненасыщенных полиэфирных смол (например, полиэфирных смол, используемых при производстве полиуретанов и полимерных пластификаторов) и отдельных типов алкидных смол.

**2. ССЫЛКА**

ГОСТ 22304 «Смолы полиэфирные ненасыщенные. Методы определения кислотного числа».

**3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

Гидроксильное число — количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации уксусной кислоты, которая будет образовываться при ацетилировании 1 г ненасыщенной полиэфирной смолы.

**Издание официальное****© Издательство стандартов, 1993****Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России**

#### 4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сущность метода заключается в ацетилировании гидроксильных групп ангидридом уксусной кислоты в растворе смолы в этилацетате в присутствии толуол-4-сульфоуксусной кислоты в качестве катализатора. Избыток ангидрида уксусной кислоты гидролизуют смесью пиридина и воды, а полученная уксусная кислота оттитровывается стандартным титрованным раствором гидроксида калия в метаноле.

В процессе титрования свободные кислотные группы, имеющиеся в смоле, также нейтрализуются гидроокисью калия. Конечное значение гидроксильного числа вычисляют с учетом кислотного числа, определенного отдельно.

#### 5. РЕАКТИВЫ

5.1. Ацетилирующий раствор уксусного ангидрида приблизительно 1M раствор в этилацетате.

Растворяют 1,4 г чистой сухой толуол-4-сульфоуксусной кислоты в 111 мл безводного этилацетата. После полного растворения медленно добавляют при перемешивании 12 мл свежеперегнанного ангидрида уксусной кислоты и хранят в условиях окружающей среды.

5.2. Этилацетат безводный

5.3. Смесь пиридин/вода 3÷2 (по объему). Смешивают три объема химически чистого пиридина с двумя объемами воды.

5.4. Смесь бутанол-1/толуол 2÷1 (по объему).

5.5. Смесь растворов индикаторов. Смешивают 3 объема 0,1%-ного раствора тимолового синего в этиловом спирте и 1 объем 0,1%-ного раствора крезолового красного в этиловом спирте.

5.6. Гидроокись калия 0,5 N титрованный раствор в метаноле.

#### 6. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также:

6.1. Коническая колба вместимостью 250 мл с притертой стеклянной пробкой.

6.2. Магнитная мешалка с магнитным стержнем, покрытым коррозионностойким материалом (например, политетрафторэтиленом).

6.3. Бюретка вместимостью 50 мл с ценой деления 0,05 мл.

6.4. Водяная баня, обеспечивающая контролирование температуры в диапазоне  $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ .

6.5. Пипетка вместимостью 10 мл (для ацетилирующего раствора).

6.6. Если необходимо, аппаратура для потенциометрического титрования.

## 7. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

В конической колбе вместимостью 250 мл (п. 6.1) взвешивают с точностью до 1 мг предназначенную для испытания пробу смолы, содержащую приблизительно 5 миллиэквивалентов ОН (масса пробы в граммах = 280/гидроксильное число).

**Примечание.** Если приблизительное гидроксильное число неизвестно, следует провести предварительные испытания.

В колбу добавляют точно 10 мл ацетилирующего раствора (п. 5.1) и опускают магнитный стержень (п. 6.2). Закрывают коническую колбу пробкой, увлажненной этилацетатом (п. 5.2) и растворяют пробу магнитной мешалкой (п. 6.2).

**Примечание.** Если образец не растворяется полностью при нагревании, можно добавить 5 или 10 мл ацетилирующего раствора.

Помещают коническую колбу в водяную баню при температуре  $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ , осторожно погружая только на 10 мм, и оставляют на 45 мин.

**Примечание.** Это время можно сократить, например, до 30 мин или меньше, если будут получены эквивалентные результаты.

Коническую колбу вынимают из бани, охлаждают, помещают на магнитную мешалку и добавляют 2 мл дистиллированной воды. Когда раствор полностью перемешается, добавляют 10 мл смеси пиридин/вода (п. 5.3) и перемешивают в течение 5 мин. Ополаскивают пробку и внутреннюю поверхность конической колбы 60 мл смеси бутанол-1/толуол (п. 5.4) и добавляют 5 капель смеси индикаторов (п. 5.5). Продолжают перемешивание и титруют раствором гидроокиси калия в метаноле (п. 5.6). Если наблюдают изменение окраски, добавляют 1—2 капли смеси индикаторов. При изменении окраски раствора от желтой до светло-желтой замечают объем  $V_1$ , в миллилитрах, использованного раствора гидроокиси калия. Добавляют еще одну каплю раствора гидроокиси калия. Цвет индикатора должен стать голубым. Если этого не происходит, отмечают показания бюретки и добавляют еще одну каплю раствора смеси индикаторов; продолжают таким образом до тех пор, пока раствор не станет голубым.

Значение  $V_1$ , используемое в вычислениях, — это значение, отмеченное до добавления капли, вызывающей голубой цвет.

Проводят холостой опыт в тех же условиях, но без пробы, и отмечают объем  $V_2$ , в миллилитрах, использованного раствора гидроокиси калия. Проводят не менее двух испытаний.

Результаты двух испытаний не должны отличаться друг от друга более чем на 2 единицы гидроксильного числа. Если это условие не выполняется, испытание следует проводить до тех пор, пока

результаты двух последовательных определений не будут отвечать указанному требованию.

**Примечание.** Если возможно, в качестве альтернативы, особенно при наличии сильно окрашенной продукции, титрование в присутствии индикатора заменяют на потенциометрическое титрование. Применяют каломельный электрод с мостиком, состоящим из насыщенного раствора хлористого калия в метаноле, и стеклянный электрод, соединенный с рН-метром или милливольтметром.

## 8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Для каждого из двух полученных результатов гидроксильное число вычисляют по формуле

$$\frac{(V_2 - V_1) \cdot N \cdot 56,1}{m} + A_n,$$

где

$A_n$  — кислотное число, определенное по ГОСТ 22304<sup>1</sup>;

$V_1$  — объем стандартного титрованного раствора гидроокиси калия, используемого при определении, мл;

$V_2$  — объем стандартного титрованного раствора гидроокиси калия, используемого в холостом опыте, мл;

$N$  — нормальность стандартного титрованного раствора гидроокиси калия (обычно 0,5  $N$ );

$m$  — масса пробы для испытания, г.

Среднее арифметическое двух полученных значений вычисляют с точностью до единицы.

**Примечание.** Разность  $V_2 - V_1$  может быть положительной или отрицательной.

## 9. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

- а) ссылку на настоящий стандарт;
- б) полученные результаты и среднее арифметическое;
- в) особенности, замеченные в ходе определения;
- г) все операции, не указанные в настоящем стандарте или документе, на который дана ссылка, и все случайные факторы, которые могли повлиять на результаты.

---

<sup>1</sup> Следует отметить, что полученные результаты отражают только половину свободных ангидридов.

Для смолы на основе малеинового ангидрида—гексахлороэндометилентетрагидрофталева кислота и малеинового ангидрида—тетрагидрофталева кислота погрешность очень незначительная;

для смол типа малеинового ангидрида — ортофталева кислота погрешность будет несколько больше.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы. Методы их испытаний»
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 09.02.93 № 36  
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2554—74 «Пластмассы. Смолы полиэфирные ненасыщенные. Определение гидроксильного числа» и полностью ему соответствует
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 22304—77	2, 8

Редактор *В. М. Лысенкина*  
Технический редактор *В. Н. Прусакова*  
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в набор 24.02.93. Подп. в печ. 12.05.93. Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5.  
Уч.-изд. л. 0,30. Тир. 414 экз. С 173.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 126