

25261-82



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**ПОЛИЭФИРЫ ПРОСТЫЕ И СЛОЖНЫЕ  
ДЛЯ ПОЛИУРЕТАНОВ**

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА

**ГОСТ 25261-82**  
**(СТ СЭВ 2978-81)**

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва



**РАЗРАБОТАН** Министерством химической промышленности  
**ИСПОЛНИТЕЛИ**

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 17 мая 1982 г. № 1951

**ПОЛИЭФИРЫ ПРОСТЫЕ И СЛОЖНЫЕ  
ДЛЯ ПОЛИУРЕТАНОВ**

Метод определения гидроксильного числа

Polyethers and polyesters for polyurethanes.  
Method of Hydroxyl value determination.**ГОСТ  
25261-82****[СТ СЭВ 2978-81]**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 мая 1982 г. № 1951 срок действия установлен

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 гидроксильного числа.

Сущность метода заключается во взаимодействии ОН-групп простых полиэфиров с ангидридом фталевой кислоты, а сложных полиэфиров -- с ангидридом уксусной кислоты, гидролизе непрореагировавших ангидридов и последующем титровании фталевой или уксусной кислоты раствором гидроксида калия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2978-81.

**1. ОТБОР ПРОБ**

1.1. Отбор и подготовку проб проводят по нормативно-технической документации на конкретный вид продукции.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Баня жидкостная.

Колба КвКШ-250-29/32 ТС ГОСТ 10394-72.

Холодильник типа ХПТ-КШ, длиной 400 или 600 мм.

Цилиндр 3-25 ГОСТ 1770-74.

Пипетка 2-2-5, 2-2-10, 2-2-25 ГОСТ 20292-74.

Бюретка 3-2-50-0,2, 3-2-100-0,2 ГОСТ 20292-74.

Ангидрид фталевый по ГОСТ 5869-77, ч. д. а.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815-77, ч. д. а., свежеперегнанный (фракция с пределом кипения 136-140°C).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1982

Пиридин по ГОСТ 13647—78, ч. д. а., свежеперегнанный (фракция с пределом кипения 114—116°C), с массовой долей воды не более 0,1%.

Смесь для фталирования, смесь готовят следующим образом: 14 г фталевого ангидрида растворяют в 100 см<sup>3</sup> пиридина. Смесь хранят в сосуде из темного стекла.

Смесь для ацетилирования, смесь готовят следующим образом: обезвоженный уксусный ангидрид и пиридин смешивают в объемном соотношении 1 : 3. Смесь хранят в сосуде из темного стекла не более 2 сут.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а., 0,5 н. (моль/дм<sup>3</sup>) раствор в воде и 0,5 н. (моль/дм<sup>3</sup>) в метаноле.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

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

Метанол—яд по ГОСТ 6995—77, ч. д. а.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Анализ простых полиэфира

Пробу полиэфира взвешивают в конической колбе с погрешностью не более 0,001 г.

Массу навески полиэфира в зависимости от величины ожидаемого гидроксильного числа выбирают по табл. 1.

Таблица 1

Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески простого полиэфира, г	Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески простого полиэфира, г
От 20 до 30	От 19 до 21	Св. 200 до 250	От 2,0 до 2,4
Св. 30 . 40	. 13 . 15	. 250 . 300	. 1,8 . 2,0
. 40 . 50	. 11 . 13	. 300 . 370	. 1,4 . 1,6
. 50 . 60	. 8 . 10	. 370 . 450	. 1,2 . 1,4
. 60 . 80	. 6,5 . 7,5	. 450 . 600	. 0,9 . 1,1
. 80 . 120	. 4,5 . 5,5	. 600 . 800	. 0,6 . 0,8
. 120 . 160	. 3,0 . 4,0	. 800 . 1000	. 0,5 . 0,7
. 160 . 200	. 2,6 . 3,0		

В колбу добавляют пипеткой 25 см<sup>3</sup> смеси для фталирования, раствор перемешивают, присоединяют обратный холодильник и нагревают в бане с температурой (115±2)°C в течение 1 ч. После нагревания колбу вместе с холодильником вынимают из бани и охлаждают на воздухе до комнатной температуры. Конденсат, оставшийся в холодильнике, смывают в колбу при помощи 15 см<sup>3</sup> пиридина. Затем снимают холодильник, добавляют 5 капель фе-

нолфталеина и титруют содержимое колбы 0,5 н. (моль/дм<sup>3</sup>) раствором гидроокиси калия до появления устойчивой розовой окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях.

### 3.2. Анализ сложных полиэфиров

Пробу полиэфира взвешивают в конической колбе с погрешностью не более 0,001 г.

Массу навески полиэфира в зависимости от величины ожидаемого гидроксильного числа выбирают по табл. 2. Если навеска более 2,5 г, ее предварительно растворяют в 5 см<sup>3</sup> пиридина.

Таблица 2

Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески сложного полиэфира, г	Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески сложного полиэфира, г
От 20 до 30	От 6,0 до 8,0	Сп. 100 до 150	От 1,8 до 2,0
Св. 30 . 40	. 5,0 . 7,0	. 150 . 200	. 1,3 . 1,5
. 40 . 50	. 4,5 . 5,5	. 200 . 300	. 0,7 . 0,9
. 50 . 60	. 3,7 . 4,2	. 300 . 400	. 0,4 . 0,6
. 60 . 80	. 3,3 . 3,7	. 400 . 600	. 0,25 . 0,35
. 80 . 100	. 2,3 . 2,7	. 600 . 1000	. 0,15 . 0,25

В колбу добавляют пипеткой 5 см<sup>3</sup> смеси для ацетилирования, перемешивают раствор, присоединяют обратный холодильник и нагревают в бане при (95—100)°С в течение 1 ч. По истечении времени охлаждают до 60°С и добавляют через холодильник 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, осторожно перемешивают и продолжают нагревание еще в течение 10 мин. После нагревания колбу вместе с холодильником вынимают из бани и охлаждают на воздухе до комнатной температуры. Конденсат, оставшийся в холодильнике, смывают в колбу при помощи 15 см<sup>3</sup> ацетона. Затем снимают холодильник, добавляют 5 капель фенолфталеина и титруют содержимое колбы 0,5 н. (моль/дм<sup>3</sup>) раствором гидроокиси калия до розовой окраски, сохраняющейся в течение 30 с.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях.

Для полиэфиров высокой молекулярной массы, нерастворяющихся в водном растворе гидроокиси калия, используют метанольный раствор гидроокиси калия.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Гидроксильное число ( $X$ ) в миллиграммах КОН на грамм полиэфира вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \cdot 56,1}{m} + X_1,$$

- где  $V_1$  — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;  
 $V_2$  — объем раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование анализируемого полиэфира, см<sup>3</sup>;  
 $c$  — фактическая молярная концентрация, эквивалентная (фактическая нормальность) раствору гидроокиси калия, моль/дм<sup>3</sup>;  
 $56,1$  — эквивалентная масса гидроокиси калия, г/моль;  
 $m$  — масса навески полиэфира, г;  
 $X_1$  — кислотное число анализируемого полиэфира, мг КОН/г, определяют по ГОСТ 25210—82.

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

0,1 мг КОН при гидроксильном числе до 100 мг КОН/г и 1 мг КОН при гидроксильном числе свыше 100 мг КОН/г.

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

Таблица 3

Простые полиэфиры		Сложные полиэфиры	
Гидроксильное число, мг КОН/г	Допускаемые расхождения, мг КОН/г	Гидроксильное число, мг КОН/г	Допускаемые расхождения, мг КОН/г
От 20 до 50	1	До 100	5
Св. 50 . 100	2	Св. 100 . 500	10
. 100 . 200	4	. 500	15
. 200 . 300	7		
. 300 . 500	10		
. 500 . 1000	20		

Редактор *А. С. Пиеничная*  
Технический редактор *В. Н. Прусакова*  
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 26.05.82 Подл. в печ. 17.06.82 0,5 п л. 0,28 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 641