**Группа Л19**

**Изменение № 1 ГОСТ 23955—80 Материалы лакокрасочные. Методы определения кислотного числа**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.88 № 1177**

**Дата введения 01.07.88**

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение: **СТ СЭВ 1444—78** на **СТ СЭВ 1444—87.**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2310.

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на лакокрасочные материалы и относящиеся к ним полупродукты и устанавливает методы определения кислотного числа:

*(Продолжение см. с. 266)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 23955—80)*

метод А — визуального титрования (для светлых материалов);

метод Б — визуального титрования с применением насыщенного раствора хлористого натрия (для темных и окрашенных материалов);

метод В — потенциометрического титрования (для темных и окрашенных материалов, когда неприменим метод Б и при растянутом интервале цветового перехода индикаторов, а также для светлых материалов)».

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на $см^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 9980—75 на ГОСТ 9980.2—86.

Пункт 2.1. Первый абзац. Заменить слова: «Величина навески» на «Масса пробы»;

таблицу 1 изложить в новой редакции (примечания исключить):

*(Продолжение см. с. 267)*

**Таблица 1**

| Предполагаемое кислотное число, мг КОН/г | Масса пробы, г |
|---|---|
| До 0,10 | 50,00 |
| Св. 0,10 » 0,50 | 20,00 |
| » 0,50 » 3,00 | 15,00 |
| » 3,00 » 10,00 | 10,00 |
| » 10,00 » 25,00 | 5,00 |
| » 25,00 » 50,00 | 2,50 |
| » 50,000 » 150,000 | 1,000 |
| » 150,000 | 0,500 |

второй абзац изложить в новой редакции: «В качестве растворителей применяют ксилол, толуол, раствор этилового спирта с объемной долей 96 %, дистиллированную воду, смесь ксилола или толуола и раствор этилового спирта с объемной долей 96 % в соотношении 1:1 по объему и добавки раствора хлористого натрия с массовой долей 20 %».

Пункты 2.2, 2.3, 4.3.2. Заменить значение: 40 °С на (40±2) °С.

Пункт 2.3. Заменить слова: «95-ный этиловый спирт» на «раствор этилового спирта с объемной долей 96 %».

Пункт 2.4. Заменить слова: «спирто-толуольной смеси» на «смеси этилового спирта и толуола».

Пункты 3.1, 3.2 изложить в новой редакции: «3.1. Сущность метода

Метод заключается в титровании раствора испытуемого материала раствором гидроокиси калия в присутствии индикатора и визуальном определении конечной точки титрования по измерению окраски раствора.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 200—300 см³ по ГОСТ 25336—82.

Бюретки 1—2—25—0,1; 1—2—50—0,1; 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Микробюретки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 2 и 10 см³ с ценой деления не более 0,02 см³, применяют при расходе щелочи на титрование менее 10 см³ и при определении кислотного числа растворителей.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, обработанная для удаления углекислоты по ГОСТ 4517—87.

Ксилол чистый каменноугольный по ГОСТ 9880—76 или ксилол нефтяной технический по ГОСТ 9410—78.

Толуол каменноугольный по ГОСТ 9880—76 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710—78.

Фенолфталеин (индикатор). спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Тимолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Нитразиновый желтый (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,5 %.

Допускается применение других индикаторов, если это указано в нормативно-технической документации на испытуемый материал.

При анализе ненасыщенных полиэфирных смол допускается применять в качестве индикатора нитразиновый желтый (переход окраски от желтой к сине-фиолетовой).

Смесь растворителей — толуола (или ксилола) и этилового спирта в соотношениях 2:1 или 1:1 по объему.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации $c(\text{КОН}) = 0{,}1$ моль/дм³.

*(Продолжение см. с. 268)*

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 с объемной долей 96 %».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить слово: «Навеску» на «Пробу»;

второй абзац. Заменить слова: «окончательную» на «конечную», «контрольную пробу в расчете не учитывают» на «контрольный опыт не проводят».

Пункты 3.4, 4.1, 4.2 изложить в новой редакции: «3.4. Обработка результатов

Кислотное число ($K$) в мг КОН/г продукта вычисляют по формуле

$$K = \frac{56{,}1 \cdot c(V - V_1)}{m}, \qquad (1)$$

при титровании аликвотных частей — по формуле

$$K = \frac{56{,}1 \cdot c(V - V_1)}{m} \cdot \frac{V_2}{V_3}, \qquad (2)$$

где $V$ — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

$V_1$ — объем раствора гидроокиси калия той же концентрации, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

$c$ — концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм³;

$m$ — масса навески испытуемого продукта, г;

$V_2$ — объем растворителя, взятый для экстракции, см³;

$V_3$ — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

56,1 — масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см³ раствора концентрации $c(\text{KOH}) = 1$ моль/дм³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4.1. Сущность метода

Метод заключается в добавлении к раствору испытуемого материала насыщенного раствора хлористого натрия, а затем гидроокиси калия, титровании его избытка раствором соляной кислоты и визуальном определении конечной точки титрования по изменению окраски раствора в присутствии индикатора.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 200—300 см³ по ГОСТ 25336—82.

Микробюретки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 2 и 10 см³ с ценой деления не более 0,02 см³.

Бюретки 1—2—25—0,1; 1—2—50—0,1; 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 2—1—10 по ГОСТ 20292—74.

Термометр по ГОСТ 215—73.

Воздушный холодильник и водяная баня.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Тимолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Щелочной голубой 6Б (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор при (20±2) °С, нейтрализованный по фенолфталеину.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0{,}1$ моль/дм³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч.д.а., спиртовые растворы концентрации $c(\text{KOH}) = 0{,}1$ и $c(\text{KOH}) = 0{,}01$ моль/дм³».

Пункт 4.3.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Затем добавляют 3—5 капель фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм³, постоянно перемешивая, до получения устойчивой розовой ок-

*(Продолжение см. с. 269)*

раски водного раствора. Добавляют аликвотное количество раствора гидроокиси калия, который оттитровывают раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ до исчезновения розовой окраски раствора»;

третий абзац. Заменить слова: «при расчете не учитывают» на «не проводят».

Пункт 4.3.2. Заменить слова: «из 50 мл 95 %-ного этилового спирта и 15 мл 20 %-ного раствора хлористого натрия. После перемешивания и оттаивания образуется верхний светлый слой. Раствор титруют 0,1 н. раствором гидроокиси калия» на «из 50 см³ раствора этилового спирта с объемной долей 96 % и 15 см³ раствора хлористого натрия с объемной долей 20 %. После перемешивания и отстаивания образуется верхний светлый слой. Раствор титруют раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм³»; «95 %-ного этилового спирта» на «раствор этилового спирта с объемной долей 96 %».

Пункты 4.3.3, 4.3.6. Заменить слова: «0,01 н. раствором гидроокиси калия» на «раствором гидроокиси калия концентрации 0,01 моль/дм³».

Пункты 4.3.4, 4.3.5. Заменить слова: «0,1 или 0,01 н. раствором гидроокиси калия» на «раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 или 0,01 моль/дм³».

Пункты 4.4, 5.1 изложить в новой редакции: «4.4. Обработка результатов

Кислотное число ($K$) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$K = \frac{56{,}1(V \cdot c - V_1 \cdot 0{,}1)}{m}, \qquad (3)$$

где $V$ — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 или 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, вместе с добавленным избытком, см³;

$V_1$ — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора с добавленным избытком раствора гидроокиси калия, см³;

$c$ — концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм³;

$m$ — масса навески испытуемого продукта, г;

56,1 — масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см³ раствора концентрации $c$(КОН) = 1 моль/дм³;

0,1 — концентрация соляной кислоты, моль/дм³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

5.1. Сущность метода

Метод заключается в титровании раствора испытуемого материала раствором гидроокиси калия и определении точки эквивалентности по показанию потенциометра».

Пункт 5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «pH-метр-милливольтметр типа pH-673М или другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации $c$(КОН) = 0,1 моль/дм³»;

дополнить абзацами: «Стакан стеклянный по ГОСТ 25336—82 вместимостью 150 см³.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г».

Пункты 5.3—5.5 (кроме табл. 2) изложить в новой редакции: «5.3. Проведение анализа

Навеску испытуемого продукта, подготовленную как указано в разд. 2, помещают в стакан вместимостью 150 см³, растворяют в 25—50 см³ нейтрализованного растворителя или смеси растворителей, погружают в раствор электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором гидроокиси калия, снимая показания прибора после каждого добавления титранта. Титрование ведут,

*(Продолжение см. с. 270)*

уменьшая порции объема титранта по мере приближения к точке эквивалентности. На основании полученных результатов вычерчивают кривую зависимости первой производной от объема прибавляемого титранта

$$\frac{\Delta E}{\Delta V} \text{ от } V,$$

где $\Delta E$ — измерение потенциала после каждого прибавления порции объема титранта, мВ;

$\Delta V$ — порция объема титранта, см$^3$;

$V$ — объем титранта, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см$^3$.

5.4. Обработка результатов

Кислотное число ($K$) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$K = \frac{56{,}1 \cdot V \cdot c}{m}, \qquad (4)$$

где $V$ — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм$^3$, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см$^3$;

$c$ — концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм$^3$;

$m$ — масса навески испытуемого продукта, г;

56,1 — масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см$^3$ раствора концентрации $c$(КОН) = 1 моль/дм$^3$.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

5.5. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений в зависимости от предполагаемого кислотного числа приведены в табл. 2».

Таблица 2. Головка. Заменить слова: «Воспроизводимость метода при определении кислотного числа, мг КОН/г» на «Расхождение между параллельными определениями, мг КОН/г, не более», «одним исполнителем» на «сходимость», «разными исполнителями» на «воспроизводимость».

(ИУС № 7 1988 г.)