

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANZOWA	BN-68
	Żywice lakiernicze Oznaczanie liczby hydroksylowej	6110-13
		Zamiast BN-64/6110-13
		Grupa katalogowa X 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania liczby hydroksylowej w żywicach alkidowych i poliestrowych.

Badane żywice nie powinny zawierać amin I- i II-rzędowych oraz związków karboksylowych o niskiej masie cząsteczkowej.

1.2. Określenia. Liczba hydroksylowa jest to liczba miligramów wodorotlenku potasowego równoważna ilości kwasu octowego, który wiąże się w reakcji acetylowania z 1 g badanej substancji.

1.3. Normy związane

PN-77/C-81509 Wyroby lakierowe. Oznaczanie liczby kwasowej

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na estryfikacji grup hydroksylowych bezwodnikiem kwasu octowego w obecności kwasu p-toluenosulfonowego jako katalizatora. Nadmiar bezwodnika kwasu octowego poddaje się hydrolizie, a otrzymany wolny kwas octowy miareczkuje się roztworem wodorotlenku potasowego.

2.2. Przyrządy

- a) Kolba stożkowa z doszlifowanym korkiem pojemności 100 ml.
- b) Mikrobiureta pojemności 10 ml z podziałką co 0,05 ml.

2.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas p-toluenosulfonowy cz.d.a.
- b) Octan butylowy cz.
- c) Bezwodnik kwasu octowego cz.d.a.
- d) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,5N roztwór alkoholu metylowym. Normalność roztworu ustalić przez miareczkowanie odważki kwaśnego ftalanu potasowego cz.d.a. wobec wskaźnika podanego w f).
- e) Mieszanina acetylująca przyrządzona w następujący sposób: 3 g kwasu p-toluenosulfonowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 85 ml octanu butylowego. Następnie dodawać wolno, ciągle mieszając, 15 ml bezwodnika kwasu octowego.

Mieszaninę acetylującą przelać do butelki z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem. Mieszaninę można używać w ciągu 7 dni od daty jej sporządzenia.

f) Wskaźnik: zmieszać jedną objętość 0,1-procentowego alkoholowego roztworu czerwieni krezolowej (zobojętnionej wodorotlenkiem potasowym) z 3 objętościami 0,1-procentowego alkoholowego roztworu błękitu tymolowego (zobojętnionego wodorotlenkiem potasowym).

g) Pirydyna cz., roztwór 3 + 1.

h) Mieszanina benzenu cz. i acetonu cz. w stosunku 1:1.

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Oznaczanie liczby kwasowej należy wykonać wg PN-77/C-81509 z tym, że zamiast błękitu alkalicznego 6B użyć wskaźnika podanego w 2.3 f).

2.4.2. Wykonanie oznaczania właściwego. Do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 100 ml odważyć badaną żywicę z dokładnością do 0,0002 g w ilości zawierającej 2 ÷ 3,5 miligramów równoważników grup hydroksylowych lub 1 ÷ 2 g substancji w przypadku żywicy o nieznaną liczbę hydroksylowej. Następnie z mikrobiurety dodać 5 ml mieszaniny acetylującej i ogrzewać kolbę na wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 min. Przez pierwsze 30 ÷ 60 s ogrzewania kolbę pozostawić otwartą w celu zmniejszenia prężności par i wyrównania ciśnienia, a następnie szczelnie zamknąć.

Po zakończeniu estryfikacji i ochłodzeniu dodać 10 ml roztworu pirydyny i zamknąć korkiem. Po upływie 5 min roztwór miareczkować 0,5N alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego wobec 10 ÷ 15 kropeł wskaźnika, do wystąpienia różowofioletowego zabarwienia.

W przypadku wykonywania oznaczeń dla żywic, które mają tendencję do tworzenia ciemnych roztworów z mieszaniną acetylującą, roztwór przed miareczkowaniem przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 300 ml, rozcieńczyć 100 ml mieszaniny benzenu z acetonem i miareczkować jak podano wyżej.

Zjednoczenie Przemysłu Farb i Lakierów
Ustanowiona przez Dyrektora ZPFiL dnia 23 grudnia 1968 r. jako norma obowiązująca
w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1969 r.
(Mon. Pol. nr 9/1969 poz. 68)

Równoległe wykonać ślepią próbę dodając te same ilości odczynników (bez odważki badanej żywicy).

2.5. Obliczanie wyników. Liczbę hydroksylową (LOH) obliczyć wg wzoru

$$LOH = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 28,05}{m} + LK$$

w którym:

V_1 - objętość 0,5N roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania przy ślepej próbie, ml,

V_2 - objętość 0,5N roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

28,05 - ilość KOH odpowiadająca 1 ml ściśle 0,5N roztworu wodorotlenku potasowego, mg,

m - odważka badanej substancji, g,

LK - liczba kwasowa badanej substancji.

2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną 3 oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 3% wyniku średniego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6110-13. Zmieniono mieszaninę acetylującą wprowadzając zamiast pirydyny octan butylowy oraz kwas *p*-toluenosulfonowy jako czynnik katalizujący reakcję estryfikacji, co umożliwiło:

a) skrócenie czasu estryfikacji z 1 godz do 0,5 godz,

b) rozszerzenie zakresu stosowania normy na żywice poliestrowe nienasycone.

2. Uwagi do wydania II

Uaktualniono normy związane.