



中华人民共和国国家标准

GB/T 4618.2—2008/ISO 21627-2:2002
代替 GB/T 4618—1984

塑料 环氧树脂氯含量的测定 第2部分：易皂化氯

Plastics—Epoxy resins—Determination of chlorine content—
Part 2: Easily saponifiable chlorine

(ISO 21627-2:2002, IDT)

2008-09-04 发布

2009-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 4618《塑料 环氧树脂氯含量的测定》共分为三个部分：

- 第1部分：无机氯；
- 第2部分：易皂化氯；
- 第3部分：总氯。

本部分为 GB/T 4618 的第2部分，等同采用 ISO 21627-2:2002《塑料——环氧树脂——氯含量的测定——第2部分：易皂化氯》(英文版)。

本部分等同翻译 ISO 21627-2:2002，在技术内容上完全一致。

为便于使用，本部分做了下列编辑性修改：

- a) 把“ISO 21627 的本部分”改成“GB/T 4618 的本部分”或“本部分”；
- b) 删除了 ISO 21627-2:2002 的前言；
- c) 增加了国家标准本部分的前言；
- d) 对于 ISO 21627-2:2002 引用的其他国际标准中有被等同采用为我国标准的，本部分用引用我国国家标准代替对应的国际标准，其余未有等同采用为我国标准的国际标准，在本部分中均被直接引用；
- e) 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”。

本部分代替 GB/T 4618—1984《环氧树脂和有关材料易皂化氯的测定》。

本部分与 GB/T 4618—1984 相比主要变化如下：

- 更改了标准名称、增加了前言；
- 增加了规范性引用文件；
- 增加了术语和定义；
- 氢氧化钠分为用于环氧树脂测试的2-丁氧基乙醇溶液和用于缩水甘油酯测试的甲醇溶液；
- 溶液浓度单位由 N 改成 mol/L；
- 基准试剂氯化钠干燥温度由 120 ℃改成 500 ℃~600 ℃。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会 (SAC/TC 15) 归口。

本部分负责起草单位：国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分参加起草单位：蓝星化工新材料股份有限公司无锡树脂厂、安徽恒远化工有限公司。

本部分主要起草人：王永桂、沈景文、程振朔。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4618—1984。

塑料 环氧树脂氯含量的测定

第2部分:易皂化氯

警告——使用 GB/T 4618 的本部分的人员应熟悉一般实验室的规则。本部分未涉及与使用有关的任何安全问题,使用者有责任建立适宜的安全和健康的措施并符合相关管理条例。

1 范围

GB/T 4618 的本部分规定了环氧树脂中易皂化氯的测定方法。

易皂化氯含量是在给定量的环氧树脂中易皂化氯的量。

得到的值表示化合物中氯代醇基的易皂化氯浓度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 4618 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4618.1—2008 塑料 环氧树脂氯含量的测定 第1部分:无机氯(ISO 21627-1:2002, IDT)

ISO 3696:1987 实验室分析用水规范和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 4618 的本部分。

3.1

易皂化氯 easily saponifiable chlorine

由于不完全脱卤化氢产生的如 1,2-氯乙醇的存在,使大部分氯以这种方法构成的易皂化氯的量。

4 原理

环氧树脂(除缩水甘油酯类外)在室温下与氢氧化钠的 2-丁氧基乙醇溶液反应。环氧树脂(缩水甘油酯类)在 50℃下与氢氧化钠甲醇溶液反应。

酸化该混合物并以硝酸银标准溶液通过电位滴定测定因皂化而产生的氯离子浓度。对样品的无机氯进行修正,用 GB/T 4618.1—2008 规定的方法测定无机氯。

5 试剂

本部分除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,试验用水应符合 ISO 3696:1987 中三级或以上水的规格。

5.1 冰醋酸。

5.2 2-丁氧基乙醇(乙二醇单丁醚):贮存于棕色瓶中,并置于暗处。

注:2-丁氧基乙醇有毒,避免吸入它的蒸气,防止与皮肤、眼睛接触。应在通风橱内或通风良好的地方工作。其极限值是 5×10^{-5} 体积分数。

5.3 丁酮(甲乙酮)。

5.4 甲醇。

注:甲醇有毒,避免吸入它的蒸气,防止与皮肤、眼睛接触。在通风橱或通风良好的地方工作。

5.5 氢氧化钠,120 g/L 溶液:

- 在 2-丁氧基乙醇中(用于除缩水甘油酯类外);
- 在甲醇中(用于缩水甘油酯类)。

将 120 g 氢氧化钠溶解在 75 mL 的水中,加入 2-丁氧基乙醇(5.2)或甲醇(5.4)使其完全溶解。冷却并用同样的溶剂稀释到 1 L。

5.6 氯化钠基准试剂。

5.7 丙酮。

5.8 硝酸银标准溶液:0.01 mol/L。

5.8.1 配制

在水中溶解 1.7 g 的硝酸银并稀释到 1 L。

5.8.2 标定

称取预先在 500 °C~600 °C 干燥过的基准试剂氯化钠 584 mg,准确至 0.1 mg,并溶解在 1 L 的水中。

吸取 5 mL 氯化钠溶液于 200 mL 烧杯中,加入 100 mL 丙酮(5.7)和 2 mL 冰醋酸(5.1),用 5.8.1 配制的硝酸银标准溶液进行电位滴定。

以同样的方法对溶剂丙酮(5.7)进行空白试验。

5.8.3 浓度的计算

利用式(1)计算浓度,结果修约到四位有效数字:

$$c_2 = \frac{0.005 \times m}{58.45 \times (V - V_0)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_2 ——滴定时使用的硝酸银标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——氯化钠质量,单位为毫克(mg);

V ——滴定时所用硝酸银标准溶液(5.8)的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白滴定时所用硝酸银标准溶液(5.8)的体积,单位为毫升(mL)。

5.8.4 贮存

硝酸银标准溶液应贮存于棕色瓶中,并置于暗处。

6 仪器

实验室常用仪器及下述仪器:

6.1 电位滴定仪:由适宜的配有玻璃/氯化银电极的电位滴定仪、磁力搅拌器、滴定架和 10 mL 微量滴定管组成。

6.2 分析天平:精确至 0.1 mg。

6.3 烧杯:容量 200 mL。

6.4 容量瓶:容量 1 L。

6.5 移液管:容量 2 mL、5 mL 和 25 mL。

6.6 玻璃量筒:容量 100 mL。

6.7 水浴:能恒温 50 °C。

7 步骤

7.1 环氧树脂(除缩水甘油酯类)

7.1.1 在烧杯(6.3)中称取含量不多于 1.78 mg 的易皂化氯的试样,准确至 0.1 mg。吸取 25 mL 2-丁氧基乙醇(5.2)于烧杯中,使试样溶解。若需要,可用磁力搅拌器加热。将溶液冷却到室温,吸取 25 mL

氢氧化钠的 2-丁氧基乙醇溶液于烧杯中,充分混合,盖上烧杯,让反应的混合物在室温下放置 2 h。

7.1.2 质量控制时,如果能得出相同的结果,允许采用 30 min 的皂化时间。在试验报告中应加以说明。

7.1.3 在搅拌的同时,将 100 mL 的丁酮(5.3)和 25 mL 的冰醋酸(5.1)加到混合物中,搅拌数分钟,直至加入冰醋酸时生成的沉淀全部溶解。

7.1.4 把电极(6.1)放入试样溶液中并用硝酸银标准溶液(5.8)进行电位滴定。

加入冰醋酸后,应立即进行滴定,否则可能得到偏低值。

7.1.5 同时做空白试验,按同样的步骤,使用同样的试剂,但不加试样。

如果发现滴定所需的硝酸银溶液少于 1 mL(空白试验也如此),在滴定前用精确测量的 1 mL 0.01 mol/L 氯化钾溶液加到溶液中重复试验(空白试验也如此)。加入氯化钾溶液后立即滴定。

7.1.6 按照 GB/T 4618.1—2008 规定的方法测定试样的无机氯含量。

7.2 缩水甘油酯类

7.2.1 在烧杯(6.3)中称取含易皂化氯不多于 1.78 mg 的试样,准确至 0.1 mg。吸取 25 mL 氢氧化钠甲醇溶液(5.5)于烧杯中,用磁力搅拌器溶解试样。盖上烧杯,使反应混合物在 50 °C 水浴(6.7)中放置 2 h。

质量控制时,如果能得出相同的结果,允许采用 30 min 的皂化时间。

7.2.2 按照 7.1.2~7.1.6 的步骤进行。

8 结果的表示

利用式(2)计算易皂化氯:

$$w_2(\text{Cl}^-) = \frac{35.5 \times c_2 \times (V_1 - V_2) \times 1\,000}{m_0} - c_1 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$w_2(\text{Cl}^-)$ ——试样的易皂化氯含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_2 ——硝酸银标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样时所耗用硝酸银标准溶液(5.8)的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验时所耗用硝酸银标准溶液(5.8)的体积,单位为毫升(mL);

c_1 ——无机氯含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

9 精密度

由于尚未得到实验室间的试验数据,故未知本试验方法的精密度。如果得到上述数据,则在下次修订时加上精密度说明。

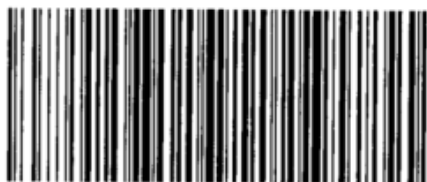
10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 注明采用 GB/T 4618 的本部分;
- b) 标明受试物料的全部资料;
- c) 按 GB/T 4618.1—2008 测定的无机氯含量;
- d) 如果短于 2 h,报告皂化时间;
- e) 试验结果;
- f) 试验日期和地点;
- g) 指明因协议或其他原因与规定的方法的任何偏离,同时指明任何可能影响结果的因素。

参 考 文 献

- [1] GB/T 12007.3—1989 环氧树脂总氯含量测定方法(eqv ISO 4615:1979)
 - [2] ISO 21627-3 塑料——环氧树脂——氯含量的测定——第3部分:总氯
-



GB/T 4618.2-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-34595

定价: 10.00 元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑 料 环 氧 树 脂 氯 含 量 的 测 定
第 2 部 分：易 皂 化 氯

GB/T 4618.2—2008/ISO 21627-2:2002

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码：100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话：68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.5 字 数 9 千 字
2008 年 11 月 第 一 版 2008 年 11 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·1-34595 定 价 10.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话：(010)68533533