



中华人民共和国国家标准

GB/T 6743—2008/ISO 2114:2000
代替 GB/T 6743—1986

塑料用聚酯树脂、色漆和清漆用漆基 部分酸值和总酸值的测定

Plastics(polyester resins) and paints and varnishes(binders)—
Determination of partial acid value and total acid value

(ISO 2114:2000, IDT)

2008-06-04 发布

2008-12-01 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

本标准等同采用 ISO 2114:2000《塑料用聚酯树脂、色漆和清漆用漆基——部分酸值和总酸值的测定》(英文版)。

本标准代替 GB/T 6743—1986《色漆和清漆用漆基酸值的测定法》。

本标准与 GB/T 6743—1986 的主要技术差异为：

- 前版系等效采用 ISO 3682:1983,而本标准等同采用 ISO 2114:2000。ISO 2114:2000 由 ISO 2114:1996和 ISO 3682:1996 合并修订而成；
- 适用范围增加了聚酯树脂；
- 将酸值分为部分酸值和总酸值；
- 增加了总酸值的测定法(方法 B)；
- 酸值测定时取样量有变化；
- 用电位滴定法测定酸值时,以滴定曲线的转折点作为滴定终点,GB/T 6743—1986 以 $\text{pH}=7$ 作为滴定终点；
- 既可以计算固体树脂的酸值,也可以计算稀释树脂的酸值；
- 精密度数据更详细、具体；
- 增加了氢氧化钾标准溶液浓度的标定方法(附录 A)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会(SAC/TC 5)归口。

本标准起草单位:中海油常州涂料化工研究院。

本标准主要起草人:黄逸东。

本标准于 1986 年首次发布。

塑料用聚酯树脂、色漆和清漆用漆基 部分酸值和总酸值的测定

1 范围

本标准规定了测定塑料用聚酯树脂、色漆和清漆用漆基的部分酸值(方法 A)和总酸值(方法 B)的方法。

本标准不适用于酚醛树脂。

本标准旨在提供用于判断产品可接受性的质量控制数据,并在研究和生产中用来控制缩聚反应的完成情况。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 1725—2007 色漆、清漆和塑料 不挥发物含量的测定(ISO 3251:2003, IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—1991, neq ISO 385-1:1984)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

酸值 acid value

在规定试验条件下,中和 1 g 树脂所消耗的氢氧化钾(KOH)的毫克数。

3.2

部分酸值 partial acid value

中和树脂中所有的羧基、游离酸以及部分游离酸酐的酸值。

3.3

总酸值 total acid value

中和树脂中所有的羧基、游离酸以及所有游离酸酐的酸值。

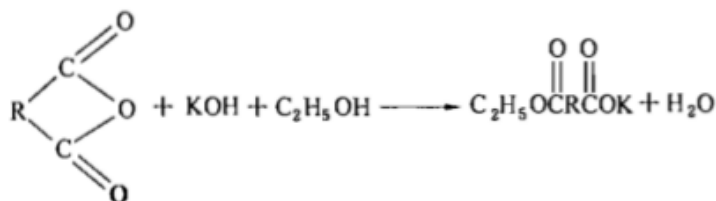
4 原理

4.1 总则

试验样品中包含的游离酸/酸酐用氢氧化钾标准滴定溶液滴定,滴定方法选用电位滴定法或指示剂滴定法。

4.2 方法 A

称取一定质量的树脂,溶解在混合溶剂中。使用电位滴定法(注 1)将氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴加到该溶液中,反应如下:

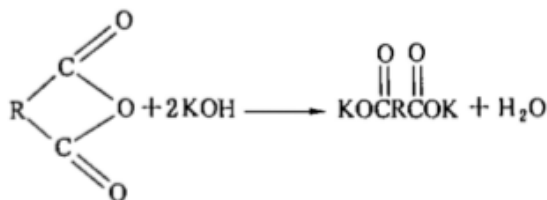


将中和 1 g 树脂所消耗的氢氧化钾的毫克数代入计算。

方法 A 适用于色漆和清漆用漆基(通常仅含有少量游离酸酐),同时也适用于不饱和聚酯树脂。

4.3 方法 B

称取一定质量的树脂,溶解在含水的混合溶剂中。先让游离酸酐水解 20 min,然后用电位滴定法(注 1)将氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴加到该溶液中,反应如下:



将中和 1 g 树脂所消耗的氢氧化钾的毫克数代入计算。

方法 B 适用于游离酸酐含量较大的不饱和树脂。

注 1: 两种方法也可以选用指示剂滴定法。

注 2: 当滴定纯马来聚酯树脂时,最好使用氢氧化钾甲醇溶液。

5 试剂

试剂均应采用分析纯试剂,并使用符合 GB/T 6682 规定的纯度至少三级的水。

5.1 方法 A 溶剂:混合溶剂由 2 体积的甲苯(5.7)和 1 体积的乙醇(5.5)组成。

预先用氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)中和混合溶剂,电位滴定法(7.2.2)或指示剂滴定法(7.2.3)滴定中如果以酚酞作为指示剂,那么中和时所用指示剂应与测定时所用指示剂一样。

5.2 方法 B 溶剂:混合溶剂由 400 mL 吡啶(5.8)、750 mL 甲乙酮(5.9)和 50 mL 水组成。

5.3 脱除碳酸盐的 0.1 mol/L 或 0.5 mol/L 的氢氧化钾乙醇(5.5)标准滴定溶液或氢氧化钾甲醇(5.6)标准滴定溶液。

按附录 A 标定溶液的浓度。

5.4 丙酮:水的质量分数不超过 0.3%。

5.5 无水乙醇:水的质量分数不超过 0.2%。

5.6 无水甲醇:质量分数为 99.8%。

5.7 无水甲苯:水的质量分数不超过 0.005%。

5.8 吡啶:水的质量分数不超过 0.05%。

警告——吡啶是有毒、易燃的。取样时应采取适当的保护措施,避免接触到皮肤或眼睛。为了避免吸入吡啶蒸汽,应使用良好的通风装置。

5.9 甲乙酮:水的质量分数不超过 0.01%。

5.10 指示剂(可选择):

5.10.1 溴百里酚蓝指示剂:0.1%的乙醇(5.5)溶液。

5.10.2 酚酞:1%的乙醇(5.5)溶液。

6 仪器

普通实验室仪器、玻璃器皿以及下列仪器:

- 6.1 锥形瓶:容量为 100 mL 和 250 mL 的广口瓶。
 6.2 锥形瓶:带有磨口玻璃塞的容量为 250 mL 的细口瓶。
 6.3 滴定管:符合 GB/T 12805 要求,容量为 25 mL(精度为 0.05 mL)。
 6.4 磁力搅拌器。
 6.5 移液管:容量为 25 mL 和 50 mL。
 6.6 自动移液管:容量为 25 mL、50 mL 和 60 mL。
 6.7 天平:精确到 1 mg。
 6.8 电位滴定仪:由合适的电位计、玻璃参比电极系统及滴定台组成。

7 操作步骤

7.1 试样

按表 1 称取适量的试样。

表 1 试样的质量

估算的酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	试样的近似质量/g
0~5	≥16
>5, ≤10	8
>10, ≤25	4
>25, ≤50	2
>50, ≤100	1
>100	0.7

7.2 方法 A

7.2.1 测定次数

平行测定两次。

7.2.2 电位滴定法步骤

称取试样于 250 mL 广口锥形瓶(6.1)中,精确至 0.001 g(m_1)。用移液管(6.5)移入 50 mL 混合溶剂(5.1),混合至树脂完全溶解。

如果 5 min 后样品不能完全溶解,则再制备一份样品,用 50 mL 混合溶剂(5.1)和 25 mL 丙酮(5.4)溶解样品。

将锥形瓶放置在滴定台(6.8)上,调整位置使电极能刚好浸没于溶液中。用滴定管(6.3)中的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)进行电位滴定。记录达到终点(滴定曲线的转折点)时消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V_1)数,以毫升表示。

以同样的方法进行空白测试,加入 50 mL 混合溶剂,如果需要,再加入 25 mL 丙酮。记录消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V_2),以毫升表示。如混合溶剂经过了正确的中和,空白试验结果应为零。

7.2.3 指示剂滴定法步骤

作为一种选择,指示剂可用来代替电位滴定仪,步骤如下:

向已溶解的试样中加入至少 3 滴酚酞溶液(5.10.2),用滴定管中的氢氧化钾标准滴定溶液滴定至出现红色,在搅拌下稳定至少 10 s。如果酚酞的变色不够明显,则应选择其他的指示剂,如 5 滴溴百里酚蓝(5.10.1)(终点蓝色保持 20 s~30 s),记录消耗的氢氧化钾标准滴定溶液体积(V_1),以毫升表示。

加入 50 mL 混合溶剂进行空白测试,如果需要,再加入 25 mL 丙酮。加入等量的指示剂,以树脂测试时终点显示的颜色作为滴定终点。记录消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V_2),以毫升表示。如果混合溶剂经过了正确的中和,空白试验结果应为零(中和混合溶剂与测试样品应使用相同的指示剂)。

7.3 方法 B

7.3.1 测定次数

平行测定两次。

7.3.2 电位滴定法步骤

称取试样于 250 mL 细口锥形瓶(6.2)中,精确至 0.001 g(m_2)。用移液管(6.6)移取 60 mL 混合溶剂(5.2)于锥形瓶中。塞上塞子,将锥形瓶置于磁力搅拌器上。搅拌试样直至其全部溶解。持续搅拌 20 min,使酸酐完全水解。如果需要得到完全溶解的样品,可对锥形瓶进行加热。用水浴和冷凝器冷却锥形瓶,然后让其自然冷却至室温。

将锥形瓶放置在滴定台(6.8)上,调整位置使电极能刚好浸没于溶液中。用滴定管(6.3)中的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)进行电位滴定。记录达到终点(滴定曲线的转折点)时消耗的氢氧化钾溶液的体积(V_3)数,以毫升表示。

以同样的方法进行空白测试,加入 60 mL 混合溶剂。记录消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V_4),以毫升表示。如混合溶剂是经过了正确中和,空白试验结果应为零。

7.3.3 指示剂滴定法步骤

作为一种选择,也可以使用指示剂,步骤如下:

向已溶解的试样中加入至少 5 滴酚酞溶液(5.10.2),用滴定管(6.3)中的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)进行滴定,在搅拌下使溶液的颜色保持淡红色 20 s 至 30 s。记录消耗的氢氧化钾标准滴定溶液体积(V_3),以毫升表示。

以同样的方法进行空白测试,加入 60 mL 混合溶剂和至少 5 滴酚酞。以树脂测试时终点显示的颜色作为滴定终点。记录消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V_4),以毫升表示。如混合溶剂是经过了正确中和,空白试验结果应为零(中和混合溶剂与测试样品应使用相同的指示剂)。

8 结果的计算与表示

8.1 方法 A 的计算

8.1.1 试样的部分酸值(PAV)的计算(溶剂或稀释剂中的固体树脂)

对于每次测定,部分酸值(PAV)用每克试样消耗的氢氧化钾毫克数来表示,如式(1):

$$PAV = \frac{56.1(V_1 - V_2)c}{m_1} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

56.1——常数[氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)];

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

V_1 ——中和树脂溶液消耗的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

8.1.2 固体树脂部分酸值的计算(PAV_s)

作为一种选择,固体树脂的部分酸值也可以计算(如醇酸树脂)。首先按 GB/T 1725—2007 规定测定树脂的不挥发物。然后测定固体树脂的部分酸值,以每克试样消耗的氢氧化钾毫克数表示,如式(2):

$$PAV_s = \frac{PAV \times 100}{NV} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

PAV——按 8.1.1 测定部分酸值;

NV——按 GB/T 1725—2007 规定测定不挥发物含量,以质量分数表示。

8.2 方法 B 的计算

8.2.1 试样总酸值(TAV)的计算(溶剂或稀释剂中的固体树脂)

对于每次测定,总酸值(TAV)用每克试样消耗的氢氧化钾毫克数来表示,如式(3):

$$\text{TAV} = \frac{56.1(V_3 - V_4)c}{m_2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

56.1——常数[氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)];

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

V_3 ——中和树脂溶液消耗的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验消耗的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

8.2.2 固体树脂总酸值的计算(TAV_s)

作为一种选择,固体树脂的总酸值也可以计算(如醇酸树脂)。首先按 GB/T 1725—2007 规定测定树脂的不挥发物。然后测定固体树脂的总酸值(TAV_s),用每克试样消耗的氢氧化钾毫克数来表示,如式(4):

$$\text{TAV}_s = \frac{\text{TAV} \times 100}{\text{NV}} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

TAV——按 8.2.1 测定总酸值;

NV——按 GB/T 1725—2007 规定测定不挥发物含量,以质量分数表示。

8.3 结果的表示

结果可以表示成固体树脂的酸值或稀释在溶剂(或稀释剂)中树脂的酸值。结果的表示方式应在试验报告中注明。

如果两个结果与平均值之间的差值超过 3%,则重复上述操作。

9 精密度

法国在 1995 年组织了循环试验,得出了方法 A 和方法 B 的精密度(95%的置信水平):

15<酸值<25; $s_r=0.23$; $r=0.6$; $s_R=0.74$; $R=2$

式中:

s_r ——实验室内的标准偏差;

s_R ——实验室间的标准偏差;

r ——重复性(绝对值),即由同一操作者在同一实验室用同一设备在短时间间隔内,采用本标准试验方法,对同一材料进行试验所得到的两个单独试验结果(每个试验结果为重复试验结果的平均值)之间的绝对差低于该数值;

R ——再现性(绝对值),即在不同的实验室由不同的操作者,采用本标准试验方法时,对同一试验材料进行试验所得到的两个单独试验结果(每个试验结果为重复试验结果的平均值)之间的绝对差低于该数值。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容;

- a) 注明本标准编号；
- b) 识别受试产品所必要的全部细节(包括型号、来源、制造商的名称、提供的形式等)；
- c) 进行滴定的类型(电位滴定或指示剂滴定)(如果使用了指示剂,应注明)；
- d) 使用的方法(A 或 B)；
- e) 两个有效测试结果(重复测试)的平均值,无论是固体树脂还是稀释树脂,测定结果均要精确到 0.1 mg/g(以 KOH 计)；
- f) 试验地点和日期；
- g) 与本标准规定操作的任何不同之处,以及任何可能影响试验结果的因素。

附录 A (资料性附录)

氢氧化钾标准滴定溶液浓度的标定

A.1 通则

本附录提供了一种常规方法用来标定氢氧化钾标准滴定溶液的浓度以确保溶液中无碳酸盐。

如果测得的浓度与原先浓度一样,则该氢氧化钾标准滴定溶液可以用来测定酸值。如果与原先浓度的差值超过 2%,则氢氧化钾标准滴定溶液应重新标定或以正确的浓度代入计算酸值。

A.2 试剂

A.2.1 水:按 GB/T 6682 规定的纯度至少为三级的水。

A.2.2 邻苯二甲酸氢钾:基准物质。

A.3 仪器

A.3.1 天平:精确到 0.1 mg。

A.3.2 滴定管:容量为 50 mL。

A.4 操作步骤

A.4.1 指示剂滴定法

称取约 700 mg(精确到 0.1 mg)邻苯二甲酸氢钾(A.2.2)于 250 mL 广口锥形瓶(见 6.1)中,并用 50 mL 水(A.2.1)溶解。

加入至少 5 滴溴百里酚蓝指示剂(5.10.1)。用 50 mL 滴定管(A.3.2)中的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)滴定至终点蓝色保持 20 s~30 s。

记录消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V),以毫升表示。

A.4.2 电位滴定法

称取约 350 mg(m)(精确到 0.1 mg)邻苯二甲酸氢钾(A.2.2)于 100 mL 广口锥形瓶(见 6.1)中,并用 25 mL 水(A.2.1)溶解。

将锥形瓶放置在滴定台上,调整好位置使电极能刚好没入溶液。用 25 mL 滴定管(6.3)中的氢氧化钾标准滴定溶液(5.3)滴定。

记录达到终点(滴定曲线的转折点)消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积(V),以毫升表示。

A.5 浓度的计算

氢氧化钾标准滴定溶液的浓度(c)按下式计算,以摩尔每升(mol/L)表示:

$$c = \frac{m}{V \times 204.23}$$

式中:

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为毫克(mg);

V ——消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

204.23——常数(邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

塑料用聚酯树脂、色漆和清漆用漆基
部分酸值和总酸值的测定

GB/T 6743—2008/ISO 2114:2000

*

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 0.75 字数 15 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-32836 定价 14.00 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



GB/T 6743-2008

打印日期: 2009年9月11日