



中华人民共和国国家标准

GB/T 2895—2008
代替 GB/T 2895—1982

塑料 聚酯树脂 部分酸值和总酸值的测定

Plastics—Polyester resin—Determination of
partial acid value and total acid value

(ISO 2114:2000, Plastics(polyester resin)and paints and
varnishes(binders)—Determination of partial acid value
and total acid value, MOD)

2008-08-04 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑 料 聚 酯 树 脂
部 分 酸 值 和 总 酸 值 的 测 定
GB/T 2895—2008

*

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 17 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-34786

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

前 言

本标准修改采用 ISO 2114:2000《塑料(聚酯树脂)、色漆和清漆(胶粘剂)——部分酸值和总酸值的测定》(英文版)。

考虑到我国国情,本标准在采用 ISO 2114:2000 时做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 C 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为便于使用,本标准作了下列编辑性修改:

- a) 名称改为《塑料 聚酯树脂 部分酸值和总酸值的测定》;
- b) 删除了 ISO 2114:2000 的“目录”和“前言”;
- c) 第 2 章“规范性引用文件”中凡有对应的 ISO 标准的国家标准,均由国家标准代替;
- d) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- e) 删除了 ISO 2114:2000 标准第 9 章精密度中的部分内容,增加了附录 B。

本标准代替 GB/T 2895—1982《不饱和聚酯树脂酸值的测定》。

本标准与 GB/T 2895—1982 的差异为:

- 标准名称改为《塑料 聚酯树脂 部分酸值和总酸值的测定》;
- 增加了规范性引用文件;
- 增加了术语和定义,明确了部分酸值和总酸值的定义;
- 增加了方法 B:测试总酸值的原理和试验操作方法;
- 增加了电位滴定法;
- 增加了取样的试样质量表。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国塑料标准技术委员会通用方法及产品分会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本标准负责起草单位:常州天马集团有限公司、广东省番禺福田化工有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心。

本标准参加起草单位:天津合材树脂有限公司、江苏亚邦涂料股份有限公司、江苏富菱化工有限公司、上海新天和树脂有限公司。

本标准主要起草人:徐大云、宣维栋、辛智敏、王永桂、肖淑红、马越群、姚元省、张鹏升。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 2895—1982。

塑料 聚酯树脂 部分酸值和总酸值的测定

1 范围

本标准适用于聚酯树脂的部分酸值(方法 A)和总酸值(方法 B)的测定。

本标准不适用于酚醛树脂。

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,其最近版本适用于本标准。

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

GB/T 6740—1986 漆料挥发物和不挥发物的测定(eqv ISO 3251:1974)

GB/T 7193.3—1987 不饱和聚酯树脂固体含量的测定方法

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

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

在试验条件下中和 1 g 树脂试样所需的氢氧化钾(KOH)的毫克(mg)数。

3.2

部分酸值 partial acid value

中和树脂中所有端羧基团、游离酸以及半数的游离酐的酸值。

3.3

总酸值 total acid value

中和树脂中所有端羧基团、游离酸以及全部游离酐的酸值。

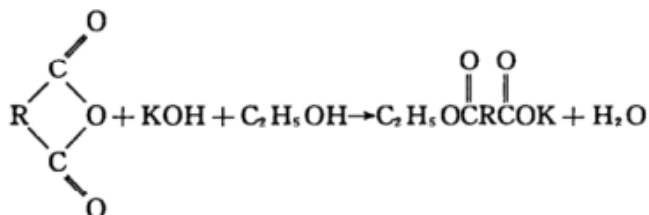
4 原理

4.1 概述

采用电位法或在显色指示剂的情况下,用氢氧化钾溶液滴定试样中含有的游离酸/酐。

4.2 方法 A

先将称量的树脂溶解在溶剂混合液中,然后该溶液采用电位法(见注 1)用氢氧化钾乙醇的标准溶液进行滴定。反应如下:



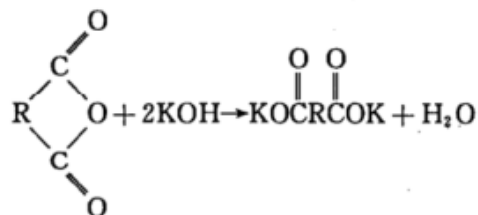
最后计算出用于中和 1 g 树脂所需的氢氧化钾的毫克(mg)数。

方法 A 推荐用于色漆和清漆的胶粘剂(一般来说,仅存在少量的游离酸酐),但是也适用于不饱和聚酯树脂。

4.3 方法 B

将称量的树脂溶解在含水的溶剂混合液中。在采用电位法(见注 1)用氢氧化钾乙醇的标准溶液进行滴定之前,允许游离酸酐水解 20 min。

反应如下:



最后计算出用于中和 1 g 树脂所需的氢氧化钾的毫克(mg)数。

方法 B 用于不饱和聚酯树脂(其中存在有效数量的游离酸酐)。

注 1: 滴定中使用显色指示剂是上述两种方法中可选的另一种方法。

注 2: 当滴定纯顺丁烯二酸聚酯树脂时,使用氢氧化钾甲醇溶液更好。

5 试剂

分析过程中只使用规定的分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

5.1 用于方法 A 的溶剂:含有 2 份(体积)甲苯(5.7)和 1 份(体积)乙醇(5.5)的溶剂混合液。

使用之前,先用氢氧化钾溶液(5.3)中和溶剂混合液。如果用电位法进行测定(见 7.2.2),则使用酚酞为指示剂。如果用指示剂进行测定(见 7.2.3),则使用与测定中所用的指示剂相同的指示剂。

5.2 用于方法 B 的溶剂:含有 400 mL 吡啶(5.8),750 mL 甲乙酮(5.9)和 50 mL 水。

5.3 氢氧化钾:0.1 mol/L 乙醇(5.5)或甲醇(5.6)的标准滴定液(不含碳酸盐)。

使用当天校验该溶液的浓度(参见附录 A)。

如果用 0.1 mol/L 溶液进行测定时需要多于 25 mL 的滴定液,那么可以用 0.5 mol/L 的溶液,以避免滴定管再添加时带来的额外误差。

5.4 丙酮,水含量不大于 0.3%(质量分数)。

5.5 乙醇,水含量不大于 0.2%(质量分数)。

5.6 甲醇,含量不小于 99.5%(质量分数)。

5.7 甲苯,水含量不大于 0.03%(质量分数)。

5.8 吡啶,水含量不大于 0.1%(质量分数)。

注:警告——吡啶是有毒的和可燃的,处理这种试剂时请采取适当的预防措施,避免接触皮肤或眼睛。仅在有良好的通风的区域内使用,以免吸入其蒸气。

5.9 甲乙酮,水含量不大于 0.03%(质量分数)。

5.10 指示剂(供选用)

5.10.1 溴百里香酚蓝,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

普通的实验室仪器和玻璃器皿以及下列几项:

6.1 锥形烧瓶,容量 100 mL 和 250 mL,大颈口。

6.2 锥形烧瓶,容量 250 mL,窄颈口,带磨口玻璃塞。

- 6.3 滴定管,容量 25 mL(刻度 0.1 mL)符合 GB/T 12805—1991 要求。
- 6.4 磁力搅拌器。
- 6.5 移液管,容量 25 mL 和 50 mL。
- 6.6 自动吸管,容量 25 mL、50 mL 和 60 mL。
- 6.7 分析天平,精确至 1 mg。
- 6.8 电位滴定仪,由装有玻璃参比电极系统的合适的电位计和滴定架构成。

7 操作步骤

7.1 试样

按照表 1 选择合适的试样质量。

表 1 试样的质量

预期的酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	近似的试样质量/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 测定的数量

作两次测定。

7.2.2 电位滴定的操作步骤

在 250 mL 大颈口锥形烧瓶(6.1)内,称取每份试样,精确至 0.001 g(质量 m_1)。用移液管(6.5)加入 50 mL 溶剂混合液(5.1)。进行混合直至树脂完全溶解。

如果 5 min 后还不能完全溶解,准备另一份试样,将其溶解在 50 mL 溶剂混合液(5.1)和 25 mL 丙酮(5.4)中。

将锥形烧瓶放在滴定架(6.8)上,并调整其位置,使电极能很好的浸没。使用滴定管(6.3)用氢氧化钾溶液(5.3)进行电位滴定。记录达到终点(滴定曲线的拐点)所需的 KOH 溶液的体积(V_1)数。

用 50 mL 溶剂混合液(如有必要,再加 25 mL 丙酮)以相同的方法进行空白测定。记录所需 KOH 溶液的体积(V_2)数。如果溶剂混合液已进行过正确的中和,那么空白测定的结果将为零。

7.2.3 比色滴定的操作步骤

作为另一种选择,可以用显色指示剂代替电位滴定仪。方法如下:

在已溶解的试样中加入至少 3 滴酚酞溶液(5.10.2)。使用滴定管用氢氧化钾溶液滴定,直至刚好显现红色并在摇动溶液的同时保持颜色稳定至少 10 s。若使用酚酞时颜色变化不是十分明确,则可使用另一种指示剂,例如 5 滴溴百里香酚蓝(5.10.1)(其终点为蓝色,保持 20 s~30 s)。记录所需 KOH 溶液的体积(V_1)数。

用 50 mL 溶剂混合液(如有必要,再加 25 mL 丙酮)进行空白测定,加入相同数量的指示剂溶液。滴定至有树脂存在时相同的终点。记录所需 KOH 溶液的体积(V_2)数。如果溶剂混合液已进行过正确的中和,那么空白测定的结果将为零(中和溶剂和执行测定使用相同的指示剂)。

7.3 方法 B

7.3.1 测定的数量

作两次测定。

7.3.2 电位滴定的操作步骤

在 250 mL 窄颈口锥形烧瓶(6.2)内称取试样,精确至 0.001 g(质量 m_2)。用自动吸管(6.6)加入 60 mL 溶剂混合液(5.2)。用塞子塞住烧瓶并将其放在磁性搅拌器上(6.4)。搅拌至树脂完全溶解,再继续搅拌 20 min,以完成酸酐基团的水解。为了达到完全溶解,如果需要可以用水浴和在烧瓶上加冷凝器加热烧瓶,然后冷却至室温。

将锥形烧瓶放在滴定架(6.8)上,并调整其位置使电极能很好的浸没。使用滴定管(6.3)用氢氧化钾溶液(5.3)进行电位滴定。记录达到终点(滴定曲线的拐点)所需的 KOH 溶液的体积(V_3)数。

用 60 mL 溶剂混合液以相同的方法进行空白测定。记录所需 KOH 溶液的体积(V_4)数。如果溶剂混合液已进行过正确的中和,那么空白测定的结果将为零。

7.3.3 比色滴定的操作步骤

作为另一种选择,可以用显色指示剂。方法如下:

在已溶解的试样中加入至少 5 滴酚酞指示剂(5.10.2)。使用滴定管(6.3)用氢氧化钾溶液(5.3)滴定,同时摇动,直至颜色保持粉红色 20 s~30 s。记录所需 KOH 溶液的体积(V_3)数。

用 60 mL 溶剂混合液和加入至少 5 滴酚酞指示剂(5.10.2),用相同的方法进行空白测定。滴定至有树脂存在时相同的终点。记录所需 KOH 溶液的体积(V_4)数。如果溶剂混合液已进行过正确的中和,那么空白测定的结果将为零(中和溶剂和执行测定使用相同的指示剂)。

8 结果计算和表示

8.1 方法 A 的计算

8.1.1 计算液体树脂(含溶剂或稀释剂)的部分酸值(PAV)

对每次测定按式(1)计算部分酸值(mg/g):

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

式中:

56.1——常数(KOH 的摩尔质量),单位为克每摩尔(g/mol);

V_1 ——中和树脂溶液所需 KOH 溶液(5.3)的体积数,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白测定所需 KOH 溶液(5.3)的体积数,单位为毫升(mL);

c ——KOH 溶液(5.3)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

8.1.2 计算固体树脂的部分酸值(PAV_s)

作为另一种方式,可以计算出固体树脂的部分酸值,先按 GB/T 7193.3—1987 测定聚酯树脂的非挥发物含量(色漆和清漆按 GB/T 6740—1986 测定),再按式(2)计算固体树脂的部分酸值(PAV_s)(mg/g):

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

式中:

PAV——按 8.1.1 确定的部分酸值;

NV——聚酯树脂按 GB/T 7193.3—1987 测定的非挥发物含量(质量分数)。

色漆和清漆按 GB/T 6740—1986 测定的非挥发物含量(质量分数)。

8.2 方法 B 的计算

8.2.1 计算液体树脂(含溶剂或稀释剂)的总酸值(TAV)

对每次测定按式(3)计算总酸值(mg/g):

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

式中:

56.1——常数(KOH 的摩尔质量),单位为克每摩尔(g/mol);

V_3 ——中和树脂溶液所需 KOH 溶液(5.3)的体积数,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白测定所需 KOH 溶液(5.3)的体积数,单位为毫升(mL);

c ——KOH 溶液(5.3)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

8.2.2 计算固体树脂的总酸值(TAV_s)

作为另一种方式,可以计算出固体树脂的总酸值,先按 GB/T 7193.3—1987 测定聚酯树脂的非挥发物含量(色漆和清漆按 GB/T 6740 测定),再按式(4)计算固体树脂的总酸值(TAV_s)(mg/g):

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

式中:

TAV——按 8.2.1 确定的总酸值;

NV——聚酯树脂按 GB/T 7193.3—1987 测定的非挥发物含量(质量分数)。

色漆和清漆按 GB/T 6740—1986 测定的非挥发物含量(质量分数)。

8.3 结果表示

结果可以按固体树脂的酸值或者按液体树脂(含溶剂或稀释剂)的酸值来表示。但是结果表示的方式应该在试验报告中指明。

若两个单独的结果(平行测定)相差大于 3%(相对于平均值),则重复操作。

9 精密度

由于未获得实验室间的数据,本标准试验方法的精密度暂不予以考虑。一旦获得实验室间的数据,将在下次修订时增加说明。ISO 标准精密度参见附录 B。

10 试验报告

试验报告应包括下列各项目:

- a) 注明采用本标准;
- b) 能完全识别被试物料必需的全部细节(包括型号、来源、生产厂的名称、供给的型式等);
- c) 所实施的滴定类型(电位法或比色法,使用的显色指示剂);
- d) 所用方法(A 或者 B);
- e) 两次测定结果(平行测定)的平均值,修约到 0.1 mg/g。并注明是固体树脂或者是液体树脂(含溶剂或稀释剂)的测定结果;
- f) 试验的地点和日期;
- g) 在本标准中没有规定的任何操作和可能会影响结果的任何偶然事件的细节。

附录 A

(资料性附录)

标准氢氧化钾溶液浓度的校验

A.1 概述

本附录建议一种校验标准氢氧化钾溶液浓度的常规方法以确保其不含碳酸盐。

如果所测得的浓度与其起始浓度相同,那么该氢氧化钾溶液可用于酸值的测定。

如果所测得的浓度与其起始浓度的差异大于2%,那么该氢氧化钾溶液应丢弃或者在计算酸值时考虑其精确的浓度。

A.2 试剂

A.2.1 水:符合 GB/T 6682—2008 规定的三级。

A.2.2 邻苯二甲酸氢钾。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平

精确至 0.1 mg。

A.3.2 滴定管

容量 50 mL。

A.4 操作步骤

A.4.1 显色指示剂法

在 250 mL 锥形烧瓶(6.1)内称取约 700 mg 邻苯二甲酸氢钾(A.2.2)(精确至 0.1 mg)和溶解在 50 cm³ 的水(A.2.1)中。

加入至少 5 滴溴百里香酚蓝(5.10.1)。使用 50 mL 滴定管(A.3.2)用氢氧化钾溶液(5.3)滴定至终点(颜色保持蓝色 20 s~30 s)。

记录所用 KOH 溶液的体积(V)数。

A.4.2 电位滴定法

在 100 mL 锥形烧瓶(6.1)内称取 350 mg 邻苯二甲酸氢钾(A.2.2)(精确至 0.1 mg)和溶解在 25 cm³ 的水(A.2.1)中。

将锥形烧瓶放在滴定架上并调整其位置使电极能很好的浸没。使用 25 mL 滴定管(6.3)用氢氧化钾溶液(5.3)进行电位滴定。记录达到终点(滴定曲线的拐点)所需 KOH 溶液的体积(V)数。

A.5 浓度计算

按式(A.1)计算氢氧化钾溶液的浓度 $c(\text{mol/L})$:

$$c = \frac{m}{V \times 204.23} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为毫克(mg);

V ——氢氧化钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

204.23——常数(邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量),单位为克每摩尔(g/mol)。

附 录 B
(资料性附录)
ISO 2114:2000 的精密度

本试验方法的精密度是根据 1995 年在法国组织的循环对比试验获得的,方法 A 和方法 B 的精密度(95%置信水平)如下:

酸值范围	重复性		再现性	
	s_r	r	s_R	R
15~25	0.23	0.6	0.74	2

表中:

s_r ——实验室内的标准偏差;

r ——重复性(绝对值);

s_R ——实验室间的标准偏差;

R ——再现性(绝对值)。

附录 C
(资料性附录)

本标准与 ISO 2114:2000 的技术性差异及原因

表 C.1 给出了本标准与 ISO 2114:2000 的技术性差异及其原因的一览表。

表 C.1 本标准与 ISO 2114:2000 的技术性差异及其原因

本标准条款编号	技术性差异	原因
1	删除了 ISO 2114:2000 第 1 章第 2 条内容	简化标准的表达程序,适应我国国情
2	增加了引用标准 GB/T 7193.3—1987《不饱和聚酯树脂 固体含量测定方法》	符合我国不饱和聚酯树脂固体含量的测定标准
5.6	采用甲醇含量 $\geq 99.5\%$ 的化学试剂甲醇	甲醇含量 $\geq 99.5\%$ ISO 2114:2000 要求甲醇含量 $\geq 99.8\%$
5.7	采用水含量 $\leq 0.03\%$ 的化学试剂甲苯	水含量 $\leq 0.03\%$ ISO 2114:2000 要求水含量 $\leq 0.005\%$
5.8	采用水含量 $\leq 0.1\%$ 的化学试剂吡啶	水含量 $\leq 0.1\%$ ISO 2114:2000 要求水含量 $\leq 0.05\%$
5.9	采用水含量 $\leq 0.03\%$ 的化学试剂甲乙酮	水含量 $\leq 0.03\%$ ISO 2114:2000 要求水含量 $\leq 0.01\%$
6.3	采用容量 25 mL 刻度值为 0.1 mL 的滴定管	GB/T 12805 25 mL 刻度值为 0.1 mL ISO 2114:2000 要求刻度值为 0.05 mL
9	删除了部分内容,增加附录 B	暂无实验室间数据



GB/T 2895-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-34786

