

中华人民共和国国家标准

GB/T 6744—2008/ISO 3681:1996
代替 GB/T 6744—1986

色漆和清漆用漆基 皂化值的测定 滴定法

Binders for paints and varnishes—Determination of
saponification value—Titrimetric method

(ISO 3681:1996, 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 3681:1996《色漆和清漆用漆基 皂化值的测定 滴定法》(英文版)。

本标准作了下列编辑性修改:

- 删除了国际标准的前言;
- “国际标准”改为“国家标准”。

本标准代替 GB/T 6744—1986《色漆和清漆用漆基皂化值的测定法》。

本标准与 GB/T 6744—1986 的主要技术差异为:

- 前版系等效采用 ISO 3681:1983。
- 增加了试验方法的原理。
- 修改了皂化值的定义和计算公式。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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。

色漆和清漆用漆基 皂化值的测定

滴定法

1 范围

本标准规定了以滴定法测定色漆和清漆用漆基中被酯化的酸的含量(包括漆基中游离酸和酸酐的含量)的步骤。

由于不同漆基的耐皂化性不同,因此本标准具有适用上的局限性。如有必要,可在更苛刻的条件下重复该实验来测试完全皂化值,如延长皂化时间,提高氢氧化钾溶液浓度,或者用沸点更高的醇作溶剂。

本标准不适用于超出正常皂化作用而与碱可进一步反应的漆基。

附录 A 规定了难皂化的漆基的皂化值的测定方法。

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 3186—2006 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样(ISO 15528:2000,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)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991, neq ISO 648:1977)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

皂化 saponification

由有机酸衍生物生成碱金属盐的过程。

3.2

皂化值 saponification value

皂化 1 g 试样所消耗氢氧化钾(KOH)的毫克数。

4 原理

通过预备试验确定试样的皂化条件(氢氧化钾溶液浓度、皂化时间等)后,试样在回流条件下与氢氧化钾溶液在该皂化条件下煮沸。用盐酸标准溶液滴定该热溶液,可选择指示剂滴定法或电位滴定法。

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 甲苯:或其他合适的不能皂化的溶剂。

5.2 氢氧化钾溶液:浓度 $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 的异丙醇溶液、乙醇溶液或甲醇溶液。

注:皂化条件要求苛刻时,可采用试剂氢氧化钾 $c(\text{KOH})=2 \text{ mol/L}$ 的乙醇溶液,或以乙二醇或一缩二乙二醇配成的氢氧化钾溶液。

可以使用异丙醇替代乙醇或甲醇的地方,应使用异丙醇。异丙醇溶液的适用性与乙醇溶液相当,而其毒性要小于甲醇溶液。

5.3 盐酸标准滴定溶液:用 4 体积的甲醇与 1 体积的水组成的混合物配制,浓度 $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.4 酚酞或百里酚酞指示剂溶液:浓度为 10 g/L ,由 95%(体积分数)的乙醇、甲醇或异丙醇溶液配制而成(5.2 中注)。

6 仪器

符合 GB/T 12805 和 GB/T 12808 规定的普通实验室仪器、玻璃器皿以及下列仪器:

- 6.1 锥形瓶:容量为 250 mL,带有磨砂玻璃塞。
- 6.2 回流冷凝器:带有磨砂玻璃接头。
- 6.3 滴定管或移液管:容量为 25 mL 或 50 mL。
- 6.4 电位滴定仪:带有玻璃电极和参比电极。
- 6.5 磁力搅拌器。
- 6.6 水浴或油浴。

7 取样

按 GB/T 3186—2006 的规定取受试产品的代表性样品。

8 预备试验

如果没有规定或商定特殊的皂化条件,则按照第 9 章所述的步骤试验,试样用 25 mL 氢氧化钾溶液(5.2)溶解,经 1 h 煮沸。为了测试在该条件下能否测定皂化值,可强化皂化试验条件,如延长皂化时间为至少 2 h,和/或使用浓度为 2 mol/L 的氢氧化钾乙醇溶液或用沸点明显高于乙醇的乙二醇或一缩二乙二醇配制的氢氧化钾醇溶液。

若在较苛刻的强化试验条件下测得的最终皂化值(即平均值)没有任何增加,即可按本标准进行测定;若测得的皂化值有所增加,可通过再次强化试验,直至皂化值不再增加时,即表明可按本标准进行测定,但在试验报告中应注明所实施的强化条件;若在最苛刻的皂化条件下也测不到恒定皂化值时,使用的方法需经过有关各方商定。

9 操作步骤

平行测定两次。

9.1 试样

参考表 1,称取合适质量的试样。称取的试样质量要小于使得试样充分皂化时所消耗的氢氧化钾溶液体积的二分之一。

表 1 试样的质量

预计皂化值(以 KOH 计)/(mg /g)	试样量/g
≤ 10	20
$> 10, \leq 20$	10
$> 20, \leq 50$	5
$> 50, \leq 100$	2.5
$> 100, \leq 200$	1.5
$> 200, \leq 300$	1
$> 300, \leq 500$	0.5
> 500	0.2

试样的质量精确到 1 mg 并置于锥形瓶(6.1)中。

9.2 测定

如有必要,可将试样溶解于一定体积的甲苯或其他合适的不皂化的溶剂(5.1)中,也可以在回流(6.2)条件下适当加热。用滴定管或移液管(6.3)加入以下溶液的一种:

- 25 mL 浓度为 0.5 mol/L 的氢氧化钾溶液(5.2);
- 25 mL 不同的氢氧化钾溶液(第 8 章和 5.2 的注);
- 规定或商定体积的氢氧化钾溶液。

边搅拌边在水浴或油浴(6.6)中加热锥形瓶中的试样至沸腾,并在沸点下回流 1 h,或按规定或商定时间,或是预备试验(第 8 章)中确定需要的时间。

向溶液中加入 3 滴酚酞或百里酚酞指示剂(5.4),用盐酸标准滴定溶液(5.3)滴定该热溶液。

若采用的是电位滴定法,玻璃电极需要有合适的响应时间。

如果出现沉淀,将沉淀倒回溶液,并加水重新成为溶液。

9.3 空白试验

进行空白试验,试验步骤同上(但不加入试样)。

10 结果的表示

按式(1)计算皂化值 SV,以每克试样消耗的氢氧化钾(KOH)毫克数表示:

$$SV = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56.1}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——空白试验(9.3)所消耗盐酸标准滴定溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——测定试验(9.2)所消耗盐酸标准滴定溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

c ——试验用盐酸标准滴定溶液(5.3)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

56.1——与 1 mL 盐酸[$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$]溶液相当的以毫克表示的氢氧化钾质量;

m ——试样(9.1)质量,单位为克(g)。

在重复条件下获得的两次测定结果的绝对差值若超过算术平均值的 3%,则重复第 9 章的步骤。

计算两次测定的算术平均值,精确到 0.1 mg/g。

11 试验报告

试验报告应至少包括下列内容:

- 识别受试产品所需的全部细节;
- 注明本标准编号;
- 按第 10 章表示的试验结果;
- 所用的溶剂和所用氢氧化钾溶液的浓度和体积;
- 皂化煮沸时间;
- 滴定类型:指示剂(酚酞或百里酚酞)滴定法或电位滴定法;
- 与规定的试验方法的任何不同之处;
- 试验日期。

附录 A
(规范性附录)

难皂化的漆基 皂化值的测定

A.1 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。

A.1.1 含水的盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.25\text{ mol/L}$;

A.1.2 氢氧化钾:用乙二醇配成溶液。

称取约 6 g 氢氧化钾放入 100 mL 锥形瓶(A.2.1)中,加入 25 mL 乙二醇,并加热至氢氧化钾全部溶解,但加热温度不能超过 130°C ,否则溶液会变成深黄色。为控制加热温度,可在溶液中插入一支温度计。

把已全溶的溶液移入装有 75 mL 乙二醇的 150 mL 锥形瓶(A.2.1)中,小心摇晃使其冷却。

A.1.3 酚酞指示剂溶液:浓度为 10 g/L ,以 95%(体积分数)的乙醇配成。

A.2 仪器

A.2.1 锥形瓶:容量为 100 mL 和 150 mL,带有磨砂玻璃塞。

A.2.2 移液管:容量为 10 mL,调节移液管的流出口内径在 $2\text{ mm}\sim 3\text{ mm}$,以便于氢氧化钾溶液流出。经调节的移液管使用前应重新校正。

A.2.3 油浴:温度保持在 $150^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.4 磁力搅拌器。

A.3 预备试验

按第 8 章进行。

A.4 试验步骤

平行测定两次。

A.4.1 试样

称取约 0.5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于 100 mL 锥形瓶(A.2.1)中。

A.4.2 测定

用移液管(A.2.2)将 10 mL 氢氧化钾溶液(A.1.2)加入装有试样(A.4.1)的锥形瓶中。盖上瓶塞,以涡流方式混合瓶中物料。盖紧瓶塞,在油浴(A.2.3)上加热物料至 $70^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$,并在该温度下保持 $2\text{ min}\sim 3\text{ min}$ 。撤去油浴,充分摇动物料后让其静置,然后小心打开瓶塞,放出空气。再次盖紧瓶塞,将锥形瓶放回油浴中加热至 $120^{\circ}\text{C}\sim 130^{\circ}\text{C}$ 。

注:如有必要,可采用高于 130°C 的温度。加压皂化也是可行的。

在此温度下保持 3 min,冷却锥形瓶至 $80^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$,打开瓶塞并用水冲洗,并将洗液收集在锥形瓶中。向锥形瓶中加入 15 mL 水,及几滴酚酞指示剂溶液(A.1.3),边搅拌边用盐酸标准滴定溶液(A.1.1)滴定该混合物。

A.4.3 空白试验

进行空白试验,试验步骤同上(但不加入试样)。

A.5 结果的表示

按第 10 章进行。

A.6 试验报告

按第 11 章进行。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
色漆和清漆用漆基 皂化值的测定
滴定法

GB/T 6744—2008/ISO 3681:1996

*

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

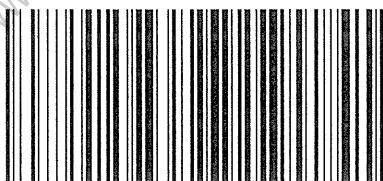
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-32931

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 6744-2008