



中华人民共和国国家标准

GB/T 21777—2008/ISO 11668:1997

GB/T 21777—2008/ISO 11668:1997

GB/T 21777—2008/ISO 11668:1997

A.1.2 钢瓶装氢气、氧气和氮气(商品级)。瓶子应带有减压阀;

A.1.3 天平,精度为 0.1 mg;

A.1.4 燃气灶;

A.1.5 250 mL 或 100 mL 烧瓶。

A.2 试剂

A.2.1 吸收溶液

氢氧化钠溶液,物质的量浓度约为 0.1 mol/L。在每升氢氧化钠溶液中,添加 5 滴至 7 滴 30%(质量分数)的过氧化氢溶液。

A.2.2 硝酸,1+1

将硝酸($\rho=1.40$ g/mL)与水以 1:1 的体积比例混合。

A.3 步骤

A.3.1 安全

A.3.1.1 日常的安全规则包括气体的供应装置应随时观测,特别是操作氢气和氧气的时候。

A.3.1.2 火焰的调节应是在氧气充足的条件下完成。

A.3.1.3 在火炉或者燃烧室前应放置由安全玻璃或者防护网制作而成的防护罩。

A.3.1.4 要特别注意,当仪器中注满氢气的时候,不要让氢气进入到燃烧室中。

A.3.1.5 必须配戴能够过滤 UV 线的眼镜。

A.3.2 称量样品放入燃烧舟中。称取量至少是 1.0 mL,与随后的银盐滴定实验中所用的硝酸银溶液量相当。用火焰或者电热源在燃烧管中剧烈加热盛有样品的燃烧舟。这一过程开始是在氮气保护下进行的,直到所有的挥发性有机化合物被蒸发掉(否则,有爆炸的可能)。然后,打开氧气源,通过氢氧火焰,把被分解和燃烧的气体经过冷却后导入吸收液中。Wickbold 燃烧仪的具体操作规程可以参考生产厂家的说明书。

A.3.3 在加热炉的前部放置石英或铂丝以阻挡固体颗粒通过氢氧火焰。用气体火炉加热燃烧管左侧,并且将火焰自左向右移动,避免氧气的流动,燃烧样品,当燃烧管中没有积碳时方可燃烧完全。然后,用水冲洗仪器中与燃烧有关的部分,收集洗液。

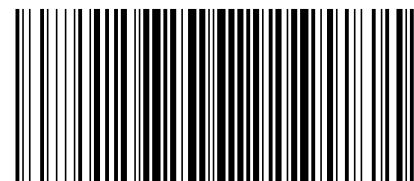
A.3.4 若应考虑燃烧残渣中的氯,那么燃烧舟就应用 1+1 的硝酸溶液清洗,并用水洗净(用量要达到与滴定用的溶液 pH 值相同),收集洗液。

A.3.5 将吸收液和洗液放入容量瓶中,稳定容量瓶的温度。用水稀释至刻度。取部分溶液来与硝酸银进行滴定实验,测定氯含量。若氯含量非常低,那么滴定实验不能确定其含量。如果这样,将溶液蒸发浓缩,测定所剩液体的氯含量。蒸发浓缩也意味着大量燃烧样品和大量的水分存在于吸收液中。

色漆和清漆用漆基 氯化聚合物树脂 通用试验方法

Binders for paints and varnishes—Chlorinated polymerization resins—
General methods of test

(ISO 11668:1997, IDT)



GB/T 21777-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32084

定价: 10.00 元

2008-05-12 发布

2008-09-01 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

附录 A
(规范性附录)

氯含量的测定 采用 Wickbold 法进行分解

A.1 试验仪器

实验室常用仪器以及下列仪器：

A.1.1 Wickbold 燃烧仪(见图 A.1)；

中华人民共和国
国家标准
色漆和清漆用漆基 氯化聚合物树脂
通用试验方法
GB/T 21777—2008/ISO 11668:1997

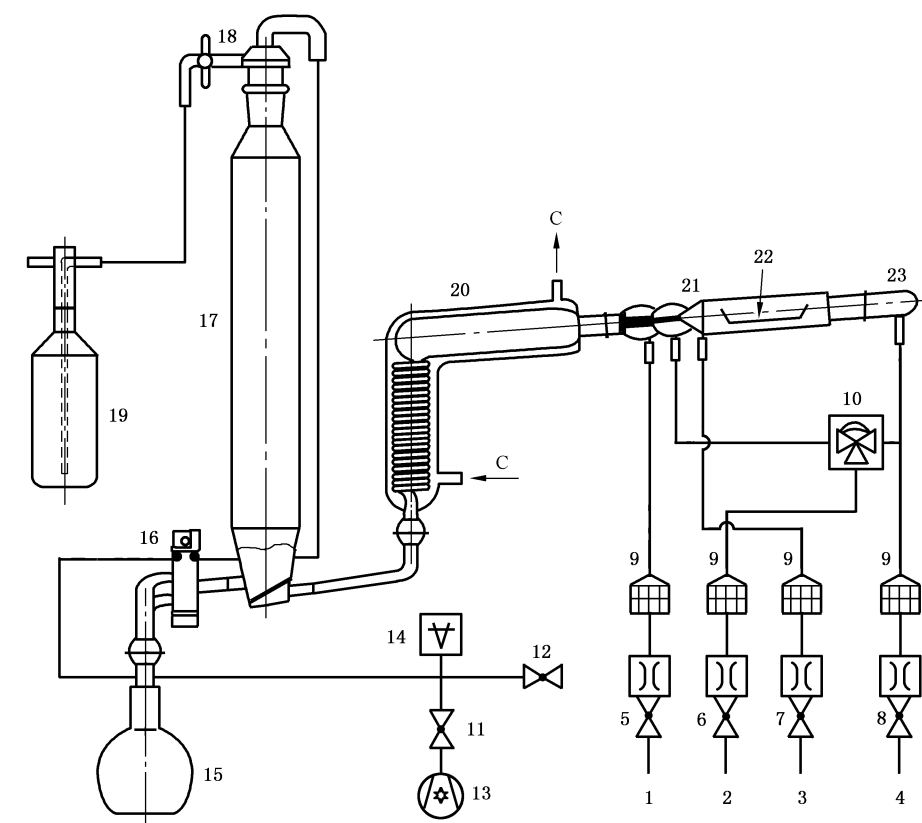
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2008 年 7 月第一版 2008 年 7 月第一次印刷

*
书号:155066·1-32084 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



- | | |
|------------------|-------------------|
| 1—氢气源； | 13—水环泵； |
| 2—氧气源； | 14—真空计； |
| 3—氢气或者氧气源； | 15—容量瓶； |
| 4—氮气源； | 16—多通阀； |
| 5—氢气控制阀与流量计； | 17—带有多孔玻璃过滤器的吸收瓶； |
| 6—氧气控制阀与流量计； | 18—冲洗装置； |
| 7—氢气或者氧气控制阀与流量计； | 19—装有吸收液的长颈瓶； |
| 8—氮气控制阀与流量计； | 20—带有冷凝器的燃烧室； |
| 9—回火消除器； | 21—燃烧管； |
| 10—混合阀； | 22—燃烧舟； |
| 11—真空阀； | 23—磨口玻璃接头； |
| 12—排空阀； | C—冷凝剂。 |

图 A.1 Wickbold 燃烧仪装置图

5.2.2 简要说明树脂溶液的温度,以及从树脂溶解到测定所需要的时间,因为有些聚合物溶液的黏度与这一时间有关。仲裁法要求在测定之前至少放置 24 h。

注:应该注意的是不仅温度会影响黏度的测定,搅拌强度(剪切率)、溶解过程以及聚合物在开始溶解时的分布状态,都会对黏度造成影响。

5.2.3 若有关方同意,黏度的测定也可以采用 ISO 12058-1 标准的落球黏度计来进行测定。

5.3 密度

树脂密度的测定可以采用 GB/T 21782.2—2008 所述的气体比较比重仪法来进行测定。

5.4 氯含量

5.4.1 氯含量大于 50%(质量分数)

按 ISO 1158 测定。

5.4.2 氯含量不大于 50%(质量分数)

按附录 A 测定。

6 试验报告

试验报告应至少包括以下内容:

- a) 识别受试产品所需的全部细节;
- b) 注明本标准编号;
- c) 颜色(加德纳色号或铂-钴色号),所用溶剂和溶液的浓度;
- d) 黏度、所采用的试验方法、所用的溶剂或稀释剂、溶液的浓度、溶液的温度及从溶解到测量所经历的时间;
- e) 密度;
- f) 氯含量和所采用的试验方法;
- g) 与规定的试验方法任何不同之处;
- h) 试验日期。

前 言

本标准等同采用 ISO 11668:1997《色漆和清漆用漆基 氯化聚合物树脂 通用试验方法》(英文版)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准负责起草单位:海洋化工研究院。

本标准参加起草单位:江苏出入境检验检疫局、中化化工标准化研究所、中国化工建设总公司常州涂料化工研究院。

本标准主要起草人:刘君峰、钱叶苗、王晓兵、何松涛、石红、钱苏华、沈苏江。

本标准是首次发布。