

中华人民共和国国家标准

聚醚多元醇中羟值测定方法

GB 12008.3-89

Polyether polyols — Determination of hydroxyl number

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用邻苯二甲酸酐酯化法测定聚醚多元醇中羟值的方法。

本标准适用于由多元醇与环氧乙烷、环氧丙烷在催化剂作用下开环聚合制得的聚氨酯泡沫塑料用聚醚多元醇中羟值的测定。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 12008.5 聚醚多元醇中酸值测定方法

3 定义

羟值:与每克试样中羟基含量相当的氢氧化钾毫克数。

碱值:与每克试样中碱性物质相当的氢氧化钾毫克数。

4 原理

在115℃回流条件下,羟基与溶解在吡啶中的邻苯二甲酸酐进行酯化反应,过量的邻苯二甲酸酐用氢氧化钠标准溶液滴定。

5 试剂

分析方法中,应使用分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

5.1 吡啶(GB 689)。

5.2 邻苯二甲酸酐吡啶溶液:称取111~116g邻苯二甲酸酐于700mL吡啶中,摇至溶解,于棕色瓶中放置过夜后使用。如溶液出现颜色则应弃去。按第8章分析步骤作空白滴定时,25mL该溶液应消耗1mol/L氢氧化钠标准溶液45~50mL。

5.3 酚酞指示液:1%吡啶溶液。

5.4 氢氧化钠(GB 629)标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 、 $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$,按GB 601第2章第2条配制与标定。

5.5 盐酸(GB 622)标准溶液: $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$,按GB 601第2章第3条配制与标定。

6 仪器

6.1 酯化瓶:250mL,带有磨口空气冷凝管,冷凝管长度大于60cm。

6.2 油浴:115±2℃。

6.3 滴定管:50mL,碱式。

6.4 移液管:25mL。

国家技术监督局1989-12-25批准

1990-11-01实施

- 6.5 滴管称量瓶。
 6.6 锥形瓶:250 mL。
 6.7 分析天平:感量 0.1 mg。

7 试样

如果试样中水分含量超过 0.2%,必须脱水后测定。

8 分析步骤

- 8.1 称取样品(按 561/估计羟值计算量),准确至 0.1 mg,置于酯化瓶中(不能让试样与瓶颈接触)。
 8.2 用移液管吸取 25 mL 邻苯二甲酸酐吡啶溶液加到称有样品的酯化瓶中,摆动瓶子,使样品溶解。接上空气冷凝管并用吡啶封口,把瓶子放入 $115 \pm 2^\circ\text{C}$ 油浴中回流 1 h;回流过程中摇动酯化瓶 1~2 次,油浴的液面需浸过酯化瓶一半。
 8.3 回流 1 h 后,从油浴中取出酯化瓶,冷却到室温,用 10 mL 吡啶逐滴均匀冲洗冷凝管,然后取下冷凝管。加入约 0.5 mL 酚酞指示液,用 $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色并保持 15 s 不褪为终点。
 8.4 用同样方法作空白试验,空白与样品消耗的 $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 氢氧化钠标准溶液体积之差为 9~11 mL。否则,适当调整试样质量,重新测定。

9 测定结果的计算与表示

- 9.1 羟值按下式计算:

$$x = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 56.1}{m}$$

式中: x ——羟值, mgKOH/g;

V_1 ——空白滴定时氢氧化钠标准溶液的用量, mL;

V_2 ——试样滴定时氢氧化钠标准溶液的用量, mL;

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

56.1——氢氧化钾的摩尔质量, g/mol。

- 9.2 测定结果以平行测定两个结果的算术平均值表示,准确至 0.1 mgKOH/g。

- 9.3 羟值校正:

样品含游离酸或游离碱时应进行校正,当样品呈酸性时,校正羟值为测得羟值加按 GB 12008.5 测得的酸值;当样品呈碱性时,校正羟值为测得羟值减按附录 A 测得的碱值。

10 精密度(95%置信度)

10.1 重复性

羟值, mgKOH/g	允许误差
<120	1.0 mgKOH/g
≥ 120	1.0%

10.2 再现性