

ICS 83.080.10
G 31



中华人民共和国国家标准

GB/T 22313—2008/ISO 14897:2002
代替 GB/T 12008.6—1989

GB/T 22313—2008/ISO 14897:2002

塑料 用于聚氨酯生产的多元醇 水含量的测定

Plastics—Polyols for use in the production of polyurethan—
Determination of water content

(ISO 14897:2002, IDT)

中华人民共和国
国家标准
塑料 用于聚氨酯生产的多元醇
水含量的测定

GB/T 22313—2008/ISO 14897:2002

*

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12月第一版 2008年12月第一次印刷

*

书号:155066·1-34813 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 22313-2008

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

附录 A
(资料性附录)
实验室间精密度研究

附录 A 中给出的精密度研究是基于 2000 年在实验室间对三种水分含量分别为 0.03%、0.42% 和 1.6% 的多元醇样品进行的研究。选取 9~12 个实验室,每个实验室选一名分析员对加倍抽取的样品进行两次分析检测,重复试验在第二天进行。样品用电量法和库仑法两种方法分析。根据 ASTM 工业化学品分析和检测方法中精密度的测定标准 ASTM E 180 得出的精密度数值列于表 A.1。水含量以质量分数表示。

表 A.1 实验室间精密度研究结果

	平均值	s_r	s_R	r	R	n
电量法						
低水分	0.028 1	0.000 8	0.001 6	0.002 3	0.004 5	10
中水分	0.425 7	0.0025	0.006 7	0.006 9	0.018 8	9
高水分	1.645 1	0.006 3	0.029 5	0.017 7	0.082 7	10
库仑法						
低水分	0.025 2	0.000 3	0.001 4	0.000 7	0.004 0	6
中水分	0.417 8	0.004 6	0.004 8	0.013 0	0.013 5	7
高水分	1.622 8	0.017 8	0.030 3	0.049 9	0.084 8	8
注: s_r ——重复性标准差; s_R ——再现性标准差; r ——重复性限($2.8 \times s_r$); R ——再现性限($2.8 \times s_R$); n ——提供有效数据的实验室数。						

前 言

本标准等同采用 ISO 14897:2002《塑料——用于聚氨酯生产的多元醇——水含量的测定》。

本标准与 ISO 14897:2002 相比主要变化如下:

——删除了 ISO 14897:2002 的前言,增加了我国标准前言。

——增加了资料性附录 NA“精密度和偏倚”,纳入第 13 章的有关内容。

本标准代替 GB/T 12008.6—1989《聚醚多元醇中水分含量测定方法》。

本标准与 GB/T 12008.6—1989 相比主要变化如下:

——更改了标准名称;

——适用范围扩大,本标准不仅适用于聚醚多元醇,还适用于聚酯多元醇和聚合物多元醇;

——增加了自动库仑法;

——增加了“术语和定义”、“应用”、“干扰”(见第 3 章、第 5 章、第 6 章);

——删除了原标准中卡尔·费休试剂的配制,附录 A:二氧化硫发生装置,附录 B:“永停”法电量滴定仪。

本标准的附录 A 和附录 NA 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化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本标准负责起草单位:江苏省化工研究所有限公司。

本标准参加起草单位:中国石化集团资产经营管理有限公司上海高桥分公司、中国石化集团资产经营管理有限公司天津石化分公司、江苏钟山化工有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心。

本标准主要起草人:刘蓉、周琴楠。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12008.6—1989。

11 步骤

11.1 方法 A(手动滴定)的步骤

11.1.1 调整氮气阀使干燥的氮气以低流速(20 mL/min~50 mL/min)进入滴定容器。在滴定容器中加入 100 mL 的滴定溶剂,以保证浸没电极。调整搅拌器使溶液不发生飞溅。用卡尔·费休试剂滴定至终点。

11.1.2 向制备的滴定混合液中,加入表 1 所示的样品量。移取样品时应避免吸收空气中水分,特别是在高湿度的环境下。进样后将溶液搅拌 1 min 或 2 min 至其完全溶解。

表 1 手动滴定法(方法 A)推荐的称样量

水含量/%	称样量
≤0.5	相当于含有 25 mg 水的量 ^a
>0.5	5 g
^a 称样量不能超过 30 g。	

11.1.3 用卡尔·费休试剂滴定 11.1.2 溶液至和前面相同的终点。记录滴定样品水分耗用试剂的体积。

注: 滴定终点是指当加入过量 0.05 mL 卡尔·费休试剂(滴定度为 2.5 mgH₂O/ mL~3.0 mgH₂O/ mL),两个外加 20 mV~50 mV 铂电极去极化,引起电流从 10 μA~30 μA 变化并保持 30 s 以上。

11.2 方法 B(电量或库仑滴定)的步骤

具体步骤参见所使用的自动滴定仪的使用说明。一般来说,待滴定容器内的试剂预中和后加入样品,将仪器开关拨到滴定模式,电量或库仑滴定仪自动滴定至终点。

特殊仪器的称样量参见所用自动滴定仪的使用说明。如无相关说明,可参考表 2 和表 3。

表 2 电量滴定法(方法 B)推荐的称样量^a

水含量的估计值/%	建议称样量/g
≤0.5	5~10
>0.5~1.0	1
>1.0	0.5
^a 滴定度为 5 mgH ₂ O/mL。	

表 3 库仑滴定法(方法 B)推荐的称样量

水含量的估计值/%	建议称样量/g
≤0.1	5
>0.1~0.5	1
>0.5~1.0	0.1

注: 表 2 和表 3 列出了一般称样量的参考值。对于一些特殊的仪器,称样量不同。参见使用说明书推荐的称样量。

12 测定结果的计算与表示

样品中水的质量分数 w ,以“%”表示,按式(2)计算:

$$w(\text{H}_2\text{O}) = \frac{V \times F}{10 m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——卡尔·费休试剂消耗的体积,单位为毫升(mL);

塑料 用于聚氨酯生产的多元醇
水含量的测定

1 范围

本标准规定了作为聚氨酯原料的多元醇水含量的测定方法。方法 A 是应用卡尔·费休原理的手动电量法。电量法用于大多数多元醇,包括终点不易观察的有色多元醇。方法 B 包括自动电量法和自动库仑法。库仑法是绝对法,不需要校准,且比电量法灵敏度高。

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。

- ISO 3696:1987 实验室分析用水规格和试验方法
- ISO 6353-1:1982 化学分析用试剂——第 1 部分:通用试验方法
- ISO 6353-2:1983 化学分析用试剂——第 2 部分:规范-第一系列
- ISO 6353-3:1987 化学分析用试剂——第 3 部分:规范-第二系列

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

多元醇 polyol

含有两个或两个以上羟基,能与异氰酸酯定量反应的有机化合物。

3.2

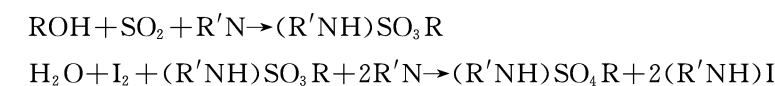
聚氨酯 polyurethane

由有机二或多异氰酸酯与含有两个或两个以上羟基的化合物反应制得的聚合物。

注: 聚氨酯可以是热固性,热塑性,硬质或软质以及弹性,多孔或非多孔。

4 原理

4.1 方法 A 和方法 B 用卡尔·费休试剂,用电量法或库仑法滴定。试剂中的二氧化硫首先与醇反应生成酯,酯被试剂中的碱中和。烷基亚硫酸的阴离子为活性组分,滴定时在水存在下,碘将烷基亚硫酸氧化成烷基硫酸,消耗水。反应式如下:



4.2 水分的测定,卡尔·费休试剂[碘、二氧化硫、乙二醇甲醚(HOCH₂CH₂OCH₃)和吡啶或吡啶的取代物组成的溶液]加入到溶有试样的甲醇或其他醇溶液中,至溶液中所有的水被消耗掉。对于电量滴定法,通过指示两铂电极去极化的电流测量装置来确定终点。在库仑滴定法中,电解产生碘,省去了试剂的标定。