



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 31412—2015

## 色漆和清漆用漆基 羟值的测定 滴定法

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

(ISO 4629:1996, MOD)

2015-05-15 发布

2015-10-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用国际标准 ISO 4629:1996《色漆和清漆用漆基 羟值的测定 滴定法》制定。

本标准与 ISO 4629:1996 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示,附录 A 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会(SAC/TC 5)归口。

本标准起草单位:中海油常州涂料化工研究院有限公司、上海市涂料研究所、深圳广田装饰集团股份有限公司、广州标格达实验室仪器用品有限公司、北京碧海舟腐蚀防护工业股份有限公司、海洋化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:黄逸东、夏彦、李少强、王崇武、刘小平、宋相丽。

# 色漆和清漆用漆基 羟值的测定

## 滴定法

### 1 范围

本标准规定了测定色漆和清漆用漆基及漆基溶液中游离羟基的滴定方法。此羟基可以多元醇、偏酯、聚酯端基或羟基脂肪酸的形式存在。

本标准不适用于含羟基和环氧基两种基团的树脂,因为后者也包含在结果中。本标准也不适用于硝基纤维素或酚醛树脂。

注:若是漆基溶液只需测定漆基的羟值,则漆基溶液的其他组分可能含有的羟基必须考虑进去。

环氧树脂的羟值测定方法按 ISO 7142:2007 的规定进行。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6743—2008 塑料用聚酯树脂、色漆和清漆用漆基 部分酸值和总酸值的测定(ISO 2114:2000,IDT)

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—2011,neq ISO 385:2005)

ISO 648:2008 实验室玻璃仪器 单刻度移液管(Laboratory glassware—Single-volume pipettes)

ISO 7142:2007 色漆和清漆用漆基 环氧树脂 通用试验方法(Binders for paints and varnishes—Epoxy resins—General methods of test)

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**羟值 hydroxyl value**

在规定试验条件下,1 g 试样中被乙酰化的羟基所消耗的氢氧化钾(KOH)的毫克数。

### 4 原理

试样中含有的羟基用乙酸酐乙酰化。过量的乙酸酐被水解,用氢氧化钾溶液滴定所产生的乙酸,用指示剂法或电位滴定法确定终点。

注:如试样中存在伯胺和仲胺,它们也会被乙酰化。在此情况下,羟值的计算结果包含了伯胺和仲胺。

### 5 试剂

5.1 邻苯二甲酸氢钾 $[C_6H_4(COO)_2COOHK]$ 。

5.2 无水乙酸乙酯。

5.3 甲苯/丁醇混合物:1:2(体积比)。

5.4 吡啶/水混合物:3:1(体积比)。

5.5 乙酰化试剂:将 4.0 g 一水合对甲苯磺酸( $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$ )溶于 100 mL 乙酸乙酯(见 5.2)中,最好使用电磁搅拌器进行搅拌。搅拌时,向上述溶液中慢慢加入 33 mL 乙酸酐。并对 5 mL 该试剂中和时要求氢氧化钾溶液(见 5.6)的滴定体积在 40 mL~50 mL 之间进行查验。

5.6 氢氧化钾甲醇标准滴定溶液 [ $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ ]:称取 28 g 氢氧化钾,精确至 0.05 g,放入 1 000 mL 容量瓶中以最少量的水溶解,用甲醇稀释至刻度并摇匀。

称取 2.5 g 预先于 120 °C 烘至恒量并在干燥器中冷却的邻苯二甲酸氢钾(见 5.1),精确至 0.01 g,置于 250 mL 锥形瓶中。加入 150 mL 新煮沸并冷却的蒸馏水,摇动直至溶解。

以酚酞溶液(见 5.7)作指示剂,用配制的氢氧化钾溶液滴定至溶液呈粉红色,至少保持 10 s 不变。

用式(1)计算氢氧化钾溶液的实际浓度  $c$ ,以每升氢氧根离子( $\text{OH}^-$ )的摩尔数表示:

$$c = \frac{m}{V} \times \frac{1\,000}{M_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m$ ——称取邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

$V$ ——滴定消耗的氢氧化钾的体积,单位为毫升(mL);

$M_1$ ——邻苯二甲酸氢钾的相对分子质量(204.22),单位为克每摩尔(g/mol)。

注:若待试产品可溶于乙醇,也可使用乙醇。

5.7 酚酞溶液(10 g/L):可配制成 95%(体积分数)乙醇溶液、甲醇溶液或异丙醇溶液。

5.8 混合指示剂溶液:3 体积 1 g/L 的百里酚蓝乙醇溶液和 1 体积 1 g/L 的甲酚红乙醇溶液混合。

注:试剂均应采用分析纯试剂,并使用符合 GB/T 6682—2008 规定的纯度至少三级的水。

## 6 仪器

**警告**——由于乙酰化试剂有腐蚀性,如若使用移液管,不应用口吸移液管。

普通实验室仪器、玻璃器皿以及下列仪器:

——锥形瓶:容量约 250 mL,带有磨砂玻璃接口;

——回流冷凝管:带有与锥形瓶相配的磨砂玻璃接口;

——微量滴定管或符合 ISO 648:2008 A 级要求的移液管:容量为 5 mL;

——滴定管:容量为 50 mL,符合 GB/T 12805 要求;

——加热装置:例如油浴或沙浴,能控温在  $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$ ;

——电位滴定仪。

## 7 取样

按 GB/T 3186 的规定取待试产品的代表性样品。

## 8 操作步骤

进行一式两份样品的平行测定。

### 8.1 试样

参照表 1 选取合适质量的样品,如不能预计羟值,则取 2.0 g 样品进行初步测定。

称取适量样品,精确至 1 mg,置于锥形瓶中。

表 1 试样的质量

预计的羟值(以 KOH 计)/(mg/g)	适合的样品质量/g
40	7.0
50	5.6
60	4.7
70	4.0
80	3.5
90	3.1
100	2.8
140	2.0
180	1.6
200	1.4
250	1.1
280	1.0
350	0.8
400	0.7
500	0.6
1 000	0.3

## 8.2 测定

将 5 mL 乙酸乙酯(5.2)加入锥形瓶中并摇动,如需要,可温热直至试样(8.1)完全溶解。

注:如果试样不能溶于乙酸乙酯,可使用另一种溶剂。

让其冷却至室温,用微量滴定管或移液管加入(5.00±0.02)mL 的乙酰化试剂(5.5),在锥形瓶上装配回流冷凝器。

把锥形瓶放在加热装置上加热,于(50±1)°C 保持 20 min,每 5 min 摇动一次。

将锥形瓶内溶液冷却至室温。取下冷凝器,加入 2 mL 水,再放回冷凝器并用力摇动锥形瓶。从冷凝器顶端再加入 10 mL 吡啶/水混合物(5.4),以便洗净冷凝管。摇匀烧瓶中的溶液,置于室温中 5 min。从冷凝器顶端再加入 30 mL 甲苯/丁醇混合物(5.3)。取下冷凝器,并再用 30 mL 甲苯/丁醇混合物洗净冷凝器/烧瓶的接口。

用氢氧化钾溶液(5.6)滴定:

——指示剂法(注 2),加几滴酚酞溶液或混合指示剂溶液(5.8);

——电位滴定法(注 3),使用电位滴定仪。

注 1:为达到试验结果所要求的精密度,乙酰化试剂的体积容差必须为 0.02 mL。

注 2:有以下两种变色情况:

——酚酞指示剂:无色(酸性)/红色(碱性);

——混合指示剂:黄色(酸性)/蓝色(碱性)。

注 3:羟值在 10 mg/g 以下的产品或深色溶液,适宜用电位滴定法滴定。

### 8.3 空白试验

按上述相同步骤和使用(5.00±0.02)mL的乙酰化试剂(见5.5)进行空白试验,但不加试样。

### 8.4 酸值的测定

按 GB/T 6743—2008 中方法 B 的规定进行测试,计算按 8.2.1 的规定进行。

## 9 结果的表示

### 9.1 计算

按式(2)计算羟值  $\rho(\text{HV})$ ,以每克样品消耗的 KOH 毫克数表示:

$$\rho(\text{HV}) = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M_2}{m} + \rho(\text{AV}) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $V_0$  ——空白试验(见 8.3)所消耗的氢氧化钾溶液(见 5.6)的体积,单位为毫升(mL);
- $V_1$  ——测定(见 8.2)所消耗的氢氧化钾溶液(见 5.6)的体积,单位为毫升(mL);
- $c$  ——氢氧化钾溶液(见 5.6)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $M_2$  ——每毫升浓度  $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$  的盐酸溶液对于氢氧化钾毫克数的换算系数(56.1);
- $m$  ——试样(见 8.1)的质量,单位为克(g);
- $\rho(\text{AV})$  ——试样的酸值(见 8.4),以 KOH 计,单位为毫克每克(mg/g)。

如果试样中存在伯胺和仲胺,羟值的计算结果包含了伯胺和仲胺。

如果平行测定的两个结果之差大于 5%(相对于平均值),则需按第 8 章所述的步骤重新操作。

报告两个结果的平均值,精确至 1 mg/g(以 KOH 计)。

### 9.2 精密度

本标准的精密度取决于羟值的大小,经过一系列试验获得以下精密度数据。

聚乙二醇的羟值约 30 mg/g(以 KOH 计)时:

- 重复性( $r$ ):3.5%;
- 再现性( $R$ ):8.5%。

三羟甲基丙烷的羟值约 1 200 mg/g(以 KOH 计)时:

- 重复性( $r$ ):13%;
- 再现性( $R$ ):22%。

## 10 试验报告

试验报告应至少包括下列内容:

- a) 识别待试产品必需的全部细节;
- b) 注明本标准编号;
- c) 按 9.1 所示的试验结果;
- d) 滴定的类型:是按有变色指示剂(酚酞或混合指示剂)的情况下进行或是用电位滴定法;
- e) 与规定试验方法的任何差异;
- f) 试验日期。

附 录 A  
(资料性附录)

本标准与 ISO 4629:1996 的技术差异及其原因的一览表

表 A.1 给出了本标准与 ISO 4629:1996 的技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 4629:1996 的技术性差异及其原因

本标准的章条号	技术性差异	原因
1	“ISO 7142:1984”修改为最新的国际标准“ISO 7142:2007”	采用最新国际标准
1	“注 2”修改为范围中条文内容	依据 GB/T 1.1 规定,条文中的注不能有要求符合 ISO 7142:2007 的规定
2	“ISO 385:2005”修改为对应于我国国家标准的“GB/T 12805”	采用国家标准使用更方便
2	“ISO 648:1977”修改为最新的国际标准“ISO 648:2008”	采用最新国际标准
2	“ISO 842:1984”改为与其修订版 ISO 15528 对应的我国文件“GB/T 3186”	采用国家标准使用更方便
2	“ISO 3682:1996”改为与其修订版 ISO 2411:2000 对应的我国文件“GB/T 6743—2008”	采用国家标准使用更方便
2	“ISO 3696:1987”修改为对应于我国国家标准的“GB/T 6682”	采用国家标准使用更方便
2	增加了“ISO 7142:2007”	第 1 章中有引用

中华人民共和国  
国家标准  
色漆和清漆用漆基 羟值的测定  
滴定法

GB/T 31412—2015

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

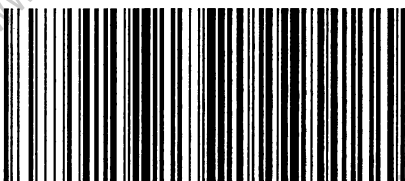
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字  
2015年3月第一版 2015年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-50961 定价 16.00 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)68510107



GB/T 31412-2015

打印日期: 2015年6月8日 F009