

# 不饱和聚酯树脂 羟值测定方法

UDC 678.674.012

GB 7193.2—87

Unsaturated polyester resin  
Determination of hydroxyl value

本标准适用于不饱和聚酯树脂羟值的测定。

本标准等效采用国际标准ISO 2554—1974《塑料——不饱和聚酯树脂——羟值的测定》。

## 1 术语

羟值：中和通过乙酰化反应与1g不饱和聚酯树脂化合的乙酸，所消耗的氢氧化钾的毫克数。

## 2 方法原理

本方法是以对甲苯磺酸作催化剂，在乙酸乙酯中，利用乙酸酐与羟基乙酰化反应进行的。过量的乙酸酐用吡啶/水混合液水解，生成的乙酸用氢氧化钾—甲醇标准溶液滴定。

滴定中，存在于树脂中的游离酸也被碱中和，所以羟值是在单独测定酸值后，最后计算求得。

不饱和聚酯树脂酸值的测定按GB 2895—82《不饱和聚酯树脂酸值的测定》进行。

## 3 试剂

**3.1 乙酰化溶液：**将1.4g纯净、干燥的对甲苯磺酸溶于111ml无水乙酸乙酯中，当完全溶解时，在搅拌下缓慢地加入12ml新蒸馏的乙酸酐，保存在干燥器中。

注：推荐乙酸酐用五氧化二磷干燥处理后，过滤、蒸馏备用。

**3.2 吡啶/水混合液：**3/2（体积比）。

**3.3 混合指示剂：**将3体积0.1%百里酚蓝乙醇溶液与1体积0.1%甲酚红乙醇溶液混合。

**3.4 正丁醇/甲苯混合液：**2/1（体积比）。

**3.5 氢氧化钾—甲醇标准溶液：**0.5~0.6N<sup>(1)</sup>。按GB 601—77《标准溶液制备方法》进行。

以上所用化学试剂均为分析纯。

## 4 仪器和设备

**4.1 碘瓶：**250ml。

**4.2 滴定管：**50ml。

**4.3 移液管：**10ml。

**4.4 磁力搅拌器。**

**4.5 恒温水浴：**控制在 $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 。

**4.6 分析天平：**感量0.001g。

**4.7 电位滴定仪。**

采用说明：

(1) ISO 2554—1974中，氢氧化钾—甲醇标准溶液为0.5N。

## 5 试验步骤

5.1 称取 3 ~ 5 g<sup>1)</sup> 约含 5 mg 当量羟基的试样〔试样质量 (g) = 280/羟值〕, 准确到 0.001 g (如果羟值的近似值不知道应按本方法做初步试验)。放入 250 ml 碘瓶中。准确加入 10 ml 乙酰化溶液, 并放入磁力搅拌棒, 立即塞上瓶塞, 用乙酸乙酯湿润瓶口。开动磁力搅拌器搅拌, 使试样溶解 (不易溶解的试样, 可稍加温热或再加入 5 ~ 10 ml 乙酰化溶液, 使之溶解)。

5.2 将碘瓶置于  $50 \pm 1^\circ\text{C}$  的水浴中, 浸入深度约 10 mm, 保持 45 min。也可以在保持结果不变的情况下, 适当减少时间。

5.3 取出碘瓶, 冷却至室温, 加入 2 ml 蒸馏水, 在搅拌下充分混合, 再加 10 ml 吡啶/水混合液, 搅拌 5 min。

5.4 用 30 ~ 60 ml 正丁醇/甲苯混合液<sup>2)</sup>, 冲洗瓶塞和瓶内壁。加入 5 滴混合指示剂, 在不断搅拌下, 用氢氧化钾-甲醇标准溶液滴定。当溶液由黄色变得清澈时, 再加入 2 ~ 3 滴混合指示剂, 继续滴定, 直到溶液由黄色变为蓝色, 即为终点。记下消耗的氢氧化钾-甲醇标准溶液的毫升数  $V_1$ <sup>3)</sup>。

如果溶液的颜色很深或溶液不清时, 可用电位滴定代替指示剂确定终点。用甘汞电极作参比电极, 玻璃电极作指示电极。

5.5 在相同条件下做空白试验。记下消耗的氢氧化钾-甲醇标准溶液的毫升数  $V_2$ 。

## 6 试验结果

6.1 每次试验的羟值  $H_v$  按下式计算:

$$H_v = \frac{(V_2 - V_1) N \times 56.1}{G} + A_v$$

式中:  $H_v$ ——不饱和聚酯树脂的羟值, mg KOH/g;

$V_1$ ——滴定试样时所消耗的氢氧化钾-甲醇标准溶液的体积, ml;

$V_2$ ——滴定空白试样时所消耗的氢氧化钾-甲醇标准溶液的体积, ml;

$N$ ——氢氧化钾标准溶液的当量浓度;

$G$ ——试样质量, g;

$A_v$ ——试样的酸值, mg KOH/g;

$(V_2 - V_1)$ ——可以是正值或负值。

6.2 测定结果至少以两个平行试样测定结果的算术平均值表示, 两个平行试样结果差不得超过 2 个羟值单位并修约成整数。

## 7 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 试样名称、牌号、批号;
- b. 试样来源、送样日期;
- c. 测定过程中的特殊现象及对结果可能有影响的所有事项;
- d. 测试结果;
- e. 测试人员、测试日期。

采用说明:

1) ISO 2554—1974 中, 称取含 5 mg 当量羟基的试样。

2) ISO 2554—1974 中, 正丁醇/甲苯 60 ml。

3) ISO 2554—1974 中, 用于结果计算  $V_1$  值是使溶液变蓝的那一滴以前的氢氧化钾溶液的体积。

**附加说明:**

本标准由国家建筑材料工业局提出, 由全国纤维增强塑料标准化技术委员会归口。

本标准由北京玻璃钢研究所负责起草。

本标准主要起草人李博、迟兴婉。