

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2709—XXXX
代替 HG/T 2709-1995

塑料 用于生产聚氨酯的聚酯多元醇羟值的测定

Plastic—Determination of hydroxyl value of polyester polyols for the production of polyurethane

(报批稿)

(本稿完成日期：2021.12)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。本文件代替HG/T 2709-1995《聚酯多元醇中羟值的测定》。

本文件与HG/T 2709-1995相比主要变化如下：

- 更改了“标准名称”；
- 更改了“范围”（见第1章，1995年版第1章）；
- 增加了“一般规定”（见第4章）；
- 方法A：乙酸酐-吡啶法中增加了“干扰”（见5.2）；更改了“仪器设备”、“测定步骤”和“精密度”（见5.4、5.5、附录A，1995年版第6章、第7章、第8章）；
- 增加了“方法B：乙酸酐-高氯酸-乙酸乙酯催化酰化法”（见第6章）；
- 增加了“方法C：乙酸酐-甲基咪唑-二甲基甲酰胺酰化法”（见第7章）；
- 增加了“方法D：近红外光谱法”（见第8章）；
- 更改了“试验报告”（第9章，1995年版第9章）；
- 增加了“精密度”（见附录A）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国塑料标准化技术委员会聚氨酯塑料分技术委员会（SAC/TC15/SC8）归口。

本文件起草单位：浙江华峰新材料有限公司、旭川化学（苏州）有限公司、万华化学集团股份有限公司、湖南聚仁化工新材料科技有限公司、惠州大亚湾达志精细化工有限公司、黎明化工研究设计院有限责任公司、山东一诺威聚氨酯股份有限公司、浙江禾欣科技有限公司、山东科力美实业有限公司、山东亿博润新材料科技有限公司、浙江恒丰新材料有限公司。

本文件主要起草人：金美金、夏武、张大华、袁子正、高伟、刘保华、匙丹丹、杨苹苹、纪尚超、薛东、王超、唐江、王建凯、林少秋、陈佩佩、陶志豪、牛艳丽、石磊。

本文件于1995年首次发布，本次为第一次修订。

塑料 用于生产聚氨酯的聚酯多元醇羟值的测定

1 范围

本文件规定了用于生产聚氨酯的聚酯多元醇羟值的四种测定方法：

- 方法 A：乙酸酐-吡啶法；
- 方法 B：乙酸酐-高氯酸-乙酸乙酯催化酰化法；
- 方法 C：乙酸酐-甲基咪唑-二甲基甲酰胺酰化法；
- 方法 D：近红外光谱法。

本文件方法A、方法B适用于常规聚酯多元醇(包括含苯环结构的聚酯多元醇)、聚己内酯多元醇、聚碳酸酯多元醇的羟值测定；方法C适用于聚碳酸亚丙酯多元醇的羟值测定；方法D适用于常规聚酯多元醇(包括含苯环结构的聚酯多元醇)羟值测定，其它种类聚酯多元醇可参考使用。方法D不适用于仲裁。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603-2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- HG/T 2708 聚酯多元醇中酸值的测定

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
与每克试样中羟基含量相当的氢氧化钾毫克数。

4 一般规定

4.1 除另有规定，所用试剂的级别应在分析纯(含分析纯)以上，所用制剂及制品，应按 GB/T 603 的规定制备，试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

4.2 本文件制备标准滴定溶液的浓度，均指 20℃时的浓度。在标准滴定溶液滴定、直接制备和使用时若温度不为 20℃，应对标准滴定溶液体积进行补正，按 GB/T 601-2016 附录 A 的规定进行。规定“临用前标定”的标准滴定溶液，若标定和使用时的温度差异不大时，可以不进行补正。标准滴定溶液标定、直接制备和使用时所用分析天平、滴定管等按相关检定规程定期进行检定或校准。

- 4.3 滴定前应使用标准滴定溶液润洗滴定管 2 次~3 次。
- 4.4 在标定和使用标准滴定溶液时，滴定速度一般应保持在 6mL/min~8mL/min。
- 4.5 在使用乙醇溶液做标准滴定溶液时，应在滴定管上部堵上棉花减少乙醇挥发，且又保留通气孔道。
- 4.6 制备标准滴定溶液的浓度应在规定浓度的±5%范围以内。
- 4.7 化学滴定中，滴定样品所消耗的标准滴定溶液体积应不小于空白体积的四分之三。

5 方法 A: 乙酸酐-吡啶法

5.1 原理

乙酰化试剂中的乙酸酐与试样中的羟基进行酰化反应，加水分解剩余乙酸酐，用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定生成的乙酸，同时做空白试验，通过空白和试样的滴定体积差值计算试样的羟值。

5.2 干扰

5.2.1 过量的水会破坏酰化试剂而干扰测定结果。如果样品的水分含量大于 0.2%，应对待测样品进行脱水处理，再重新取样。

5.2.2 伯、仲氨基和长链脂肪酸与试剂反应生成稳定的化合物，该化合物对反应及滴定的影响会包含在结果中。

5.3 试剂

5.3.1 正丁醇。

5.3.2 乙酸酐-吡啶溶液： $V_{\text{乙酸酐}}+V_{\text{吡啶}}=1+23$ ，摇匀后贮于棕色瓶中（现配现用）。

5.3.3 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.5\text{mol/L}$ 。配制按 GB/T 603-2002 中 4.1.2.20 的规定进行；每两周标定一次，标定按 GB/T 601-2016 中 4.25.2 的规定进行。

5.3.4 氢氧化钠-水标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$ 。配制和标定按 GB/T 601-2016 中 4.1 的规定进行。可用于替代氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液。替代时，可在试样溶解过程中加入 5mL~10mL 乙酸乙酯以增加试样的溶解度。

5.3.5 酚酞指示液（10g/L）：按 GB/T 603-2002 中 4.1.4.22 的规定进行。

5.4 仪器设备

5.4.1 冷凝管：带磨口，长度大于 60cm。

5.4.2 恒温油浴锅：控温范围室温~300℃，精度为±0.5℃，带磁力搅拌。

5.4.3 摇床。

5.4.4 锥形瓶：250mL。

5.4.5 碱式滴定管：50mL，分度值 0.1mL。

5.4.6 移液管：25mL。

5.4.7 分析天平：精度为 0.0001g。

5.4.8 量杯：10mL。

5.4.9 注射器。

5.5 测定步骤

5.5.1 用注射器（5.4.9）或其他合适的取样器具，按表 1 中规定称取适量的试样（精确至 0.001g）于锥形瓶（5.4.4）中，记录试样质量。如果试样羟值的估计值未知，需先做初步试验。用移液管（5.4.6）准确移入 25mL 乙酸酐-吡啶溶液（5.3.2），慢慢摇动锥形瓶，使试样完全溶解，迅速安装好回流冷凝管（5.4.1）。将锥形瓶浸到油浴（5.4.2）中，使试样液面位于油浴的油面下，启动慢速磁力搅拌，于 (115 ± 1) °C 恒温回流 1h。

注：对于难溶试样，需使用摇床（5.4.3）助溶，且延长恒温回流时间至 1.5h。

5.5.2 将锥形瓶提出油面，从冷凝管顶部加入 10mL 水，然后再将锥形瓶浸到油浴中慢速磁力搅拌，反应 10min 后取出，冷却至室温，再从冷凝管顶部加入 15mL 正丁醇（5.3.1）冲洗冷凝管内壁和锥形瓶内壁，取下冷凝管后盖好塞子，准备滴定。

5.5.3 待滴定的试样溶液瓶中加入 10 滴酚酞指示液（5.3.5），用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液（5.3.3）进行滴定，接近滴定终点时，需持续摇动试样锥形瓶并放慢滴定速度，至微红色出现，且轻摇锥形瓶保持 30s 颜色不褪色为滴定终点，读取体积数并记录。

5.5.4 同时做空白试验。

表 1 试样称样量的选取

羟值, mg KOH/g	称样量, g
<40	8~6
40~60	6~4
60~80	4~3
80~120	3~2
120~200	2~1
>200	<1

5.5.5 结果计算与表示

羟值以每克试样所消耗的氢氧化钾毫克数 X_1 计，数值以毫克氢氧化钾每克（mgKOH/g）表示，按式（1）计算。

$$X_1 = \frac{(V_0 - V) \cdot c_1 \times 56.10}{m} + X_2 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

V_0 ——滴定空白消耗的氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V ——滴定试样消耗的氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_1 ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

56.10——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

X_2 ——试样的酸值，以每克试样消耗的氢氧化钾毫克数表示，按HG/T 2708的要求测定。测定结果以两次平行测定的算术平均值表示，精确到小数点后一位。

5.5.6 精密度

精密度要求见附录A。

6 方法B：乙酸酐-高氯酸-乙酸乙酯催化酰化法

6.1 原理

试样中的羟基在乙酸酐-高氯酸-乙酸乙酯溶液中被酰化，其中高氯酸为催化剂。过量的乙酸酐用吡啶水溶液水解，产生的乙酸用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定。通过空白和试样的滴定体积差值来计算羟值。

6.2 干扰

同5.2.1、5.2.2。

6.3 试剂

6.3.1 乙酸乙酯

6.3.2 乙酰化试剂1：量取190mL乙酸乙酯注入250mL的棕色玻璃试剂瓶(6.4.3)中，加入2.3mL高氯酸，摇匀，再加入8mL乙酸酐，摇匀后静置30min以上。将上述溶液与乙酸酐放置于-10℃~5℃的环境中1h后取出，所配制的溶液中再加入冷却过的乙酸酐38mL，混合均匀后继续放置于-10℃~5℃的环境中1h后取出，使其在自然状态下回温至室温备用。乙酰化试剂稳定性较差，应避光、密封贮存，有效期为两周，试剂颜色变黄需重新配制。

6.3.3 吡啶-水溶液： $V_{\text{吡啶}}+V_{\text{水}}=3+1$ ，混合均匀备用。

6.3.4 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.5\text{mol/L}$ 。配制按GB/T 603-2002中4.1.2.20的规定进行；每两周标定一次，标定按GB/T 601-2016中4.25.2的规定进行。

6.3.5 氢氧化钠-水标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$ 。配制和标定按GB/T 601-2016中4.1的规定进行。

注：可用于替代氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液。替代时，可在试样溶液中加入5mL~10mL乙酸乙酯增加溶液的溶解度。

6.3.6 酚酞指示液(10g/L)：按GB/T 603-2002中4.1.4.22的规定进行。

6.4 仪器设备

6.4.1 电位滴定仪：精度不低于0.1 mV，滴定管加液误差 $\pm 0.03\text{mL}$ ，配一对电极或玻璃-甘汞复合电极。

6.4.2 锥形瓶：250mL。

6.4.3 棕色玻璃试剂瓶。

6.4.4 滴定杯：150mL。

- 6.4.5 摇床。
- 6.4.6 磁力搅拌器。
- 6.4.7 分析天平：精度为 0.0001g。
- 6.4.8 移液管：5mL。
- 6.4.9 碱式滴定管：50mL，分度值 0.1mL。
- 6.4.10 量杯：10mL，50mL。
- 6.4.11 注射器。
- 6.4.12 恒温水浴锅：控温范围室温~100℃，精度为±1.0℃。
- 6.4.13 超声波振荡器。

6.5 试验步骤

6.5.1 用注射器（6.4.11）或其他合适的取样器具，按表 1 中规定称取适量的试样（精确至 0.001g）于锥形瓶（6.4.2）或滴定杯（6.4.4）中，记录试样质量。如果试样羟值的估计值未知，需先做初步试验。用移液管（6.4.8）准确移取 5.0mL 乙酰化试剂 1（6.3.2）于锥形瓶或滴定杯中。盖上瓶塞或杯盖，摇匀，使样品完全溶解（以锥形瓶或滴定杯底部无物料，溶液内无丝状物为准），特殊样品可用 6.5.2 中的方法助溶，待溶解完全后在室温下静置反应至少 5min。

注：若样品为固体，需提前将样品加热熔化后再取样操作，加热可在 80℃~100℃烘箱中进行。

6.5.2 特殊样品可用如下方法助溶：

- 不易凝固的高羟值样品可借助摇床（6.4.5）助溶，摇床设定温度需不大于 40℃；
- 难溶样品可使用温度≤40℃摇床助溶；也可静置于约 70℃水浴锅（6.4.12）中助溶，每次在水浴锅中静置时间不超过 30s，可重复多次；也可在加入乙酰化试剂 1 前先加入 10mL 乙酸乙酯（6.3.1），并用超声震荡（6.4.13）或置于温度≤70℃摇床（6.4.5），待溶解后冷却至 50℃以下，再加入乙酰化试剂 1；
- 易凝固的样品需静置于温度≤70℃的水浴锅中加热，待样品熔为透明液体后，再按 b) 操作；
- 羟值低的难溶样品，若加入 10mL 乙酸乙酯也无法溶解，可适当减少称样量。

6.5.3 静置反应过程中需观察是否有物料析出，若有析出，需摇动至完全溶解，反应完成后再向锥形瓶或滴定杯中加入 2mL 蒸馏水，摇匀后加入 10mL 吡啶-水溶液（6.3.3），摇匀，静置 5min，待测定。

6.5.4 用以下方法之一滴定溶液：

6.5.4.1 电位滴定

将装有待滴定溶液的滴定杯放在电位滴定仪（6.4.1）上，用磁力搅拌器搅拌。将滴定仪电极浸入溶液，用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液（6.3.4）滴定至等当点。若滴定杯中溶剂量较少，液面高度难以浸没电极头，可在试样和空白中额外加入一定等量乙酸乙酯。

6.5.4.2 显色滴定

按 5.5.3 的规定进行。

6.5.5 同时做空白试验。

6.5.6 结果计算与表示

按5.5.5的规定进行计算。

6.5.7 精密度

精密度要求见附录A。

7 方法 C: 乙酸酐-甲基咪唑-N-二甲基甲酰胺酰化法

7.1 原理

试样中的羟基在乙酸酐-甲基咪唑-N, N-二甲基甲酰胺溶液中被酰化, 其中N-甲基咪唑为催化剂。过量的乙酸酐用水水解, 产生的乙酸用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定。通过空白和试样的滴定体积差值计算试样的羟值。

7.2 试剂

7.2.1 N-甲基咪唑。

7.2.2 乙酰化试剂 2: 称取 105mLN, N-二甲基甲酰胺于 250 mL 的棕色玻璃试剂瓶中, 加入 46mL 乙酸酐, 摇匀至溶解, 放置过夜后使用, 有效期为两周。

7.2.3 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.5\text{mol/L}$ 。配制按 GB/T 603-2002 中 4.1.2.20 的规定进行; 每两周标定一次, 标定按 GB/T 601-2016 中 4.25.2 的规定进行。

7.2.4 酚酞指示液 (10g/L): 按 GB/T 603-2002 中 4.1.4.22 的规定进行。

7.3 仪器设备

7.3.1 锥形瓶: 250mL。

7.3.2 滴定杯: 150mL。

7.3.3 分析天平: 精度为 0.0001g。

7.3.4 移液管: 5mL、20mL。

7.3.5 滴定管: 50mL 或 100 mL, 分度值 0.1mL。

7.3.6 恒温水浴锅: 控温范围室温~100℃, 精度为±1.0℃。

7.3.7 注射器。

7.3.8 电位滴定仪: 精度不低于 0.1 mV, 滴定管加液误差±0.03mL, 配一对电极或玻璃-甘汞复合电极。

7.4 试验步骤

7.4.1 用注射器 (7.3.7) 或其他合适的取样器具, 按表 1 中规定称取适量试样 (精确至 0.001g) 于锥形瓶 (7.3.1) 或滴定杯 (7.3.2) 中, 记录试样质量。如果试样羟值的估计值未知, 需先做初步试验。

用移液管（7.3.4）准确移取 20mL N, N-二甲基甲酰胺试剂于锥形瓶或滴定杯中。待试样完全溶解后，再准确移取 4.0mL N-甲基咪唑、5.0mL 乙酰化试剂 2（7.2.2）于锥形瓶或滴定杯中。

7.4.2 放入磁子，盖上瓶塞，摇匀后放入水浴（7.3.6）中， (45 ± 1) ℃恒温反应 30min。取出锥形瓶，冷却至室温后，用移液管移取 3mL 水，静置水解 10min。用少量水冲洗锥形瓶塞连接处。

7.4.3 以下方法之一滴定溶液：

7.4.3.1 电位滴定

将装有待滴定溶液的滴定杯放在电位滴定仪上，用磁力搅拌器搅拌。将滴定仪电极浸入溶液，用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液（7.2.3）滴定至等当点。若滴定杯中溶剂量较少，液面高度难以浸没电极头，可在试样和空白中额外加入适量 N, N-二甲基甲酰胺（7.2.1）。

7.4.3.2 显色滴定

按 5.5.3 的规定进行。

7.4.4 同时做空白试验。

7.4.5 结果计算与表示

按 5.5.5 的规定进行计算。

7.4.6 精密度

精密度要求见附录 A。

8 方法 D：近红外光谱法

8.1 原理

近红外光谱是近红外光源照射下分子发生能级跃迁时产生的，记录的是分子中单个化学键的基频振动的倍频和合频信息，受含氢基团 X-H（X 为 C、N、O）的倍频和合频的重叠主导，其光谱信息与样品的结构和成分组成相关。利用化学计量学方法建立聚酯多元醇的羟基含量与近红外光谱信息的定量分析预测模型，通过模型测定聚酯多元醇中的羟值。

8.2 仪器设备及定标样品

8.2.1 近红外光谱仪及配套软件。

8.2.2 定标样品：使用滴定法已检测 30 组以上且羟值稳定的聚酯多元醇。

8.2.3 样品池：石英材质。

8.3 局限性

校正之前，首先要测定被分析的多元醇中近红外光谱的影响因素。为了适当地选择样品，需了解化学结构、干扰、任何非线性关系、温度的影响以及被分析物与其他成分，如与催化剂、水分和其他多元醇的相互作用，以模拟这些无法较好控制的因素。

校正仅对具体生成校正表的近红外仪器有效。使用不同的仪器（甚至是同一制造商生产的）进行校准和分析将严重影响测试羟值的准确度和精密度。在仪器之间调用校正表同样存在准确度问题，需要在新仪器上进行完整的验证与误差统计分析。

分析结果仅在校正使用的羟值范围内有效，接近羟值校正范围会增加误差，降低精度。同样，分析结果仅对校正集使用的相同化学组成的样品有效。样品组成的显著变化或污染会影响到最终检测结果。

仪器的性能波动可能对模型产生影响，存在模型预测值逐渐偏离的风险。

下列情况之一，需对已有的定标模型进行验证：

- 定标模型首次使用，或定标模型更新后或更换仪器时；
- 样品来源（配方、工艺等）发生重大改变时；
- 仪器维修或更换光源等配件后；
- 每1~2个月验证1次，使用定标样品集时采用的羟值测定法；
- 其他需要验证时。

8.4 分析步骤

8.4.1 仪器准备

测定前，按照近红外光谱仪说明书的要求进行仪器预热和自检测试。设定加热器和温控器的温度，使其稳定至检测样品的温度。聚酯多元醇羟值测定样品的温度为70℃，确保样品池内无气泡。

8.4.2 定标模型的建立

8.4.2.1 定标样品集选择

使用方法A或方法B测试30组以上，羟值稳定且在范围内均匀分布的聚酯多元醇作为定标样品，不同配方的聚酯多元醇需要使用不同的定标样品。

8.4.2.2 光谱数据采集

取适量已通过方法A或方法B测定羟值的聚酯多元醇定标样品放置到样品池，按照近红外光谱仪说明书要求输入样品名称，采集背景信号后再采集光谱并保存到指定位置，每采集一次样品光谱之前均采集一次背景信号。光谱数据采集过程中，每个样品取6次扫描光谱，定标时取6次扫描的平均光谱。

8.4.2.3 定标模型建立

采用建模软件，按照近红外光谱仪说明书要求，根据产品的不同选择适宜的波段优化参数，进行光谱预处理，利用离群值检测功能剔除异常值后生成该模型的校正表。

8.4.2.4 定标模型验证

使用相同配方、相同工艺合成的聚酯多元醇验证定标模型的准确性和重复性，选择定标样品数量的1/3~1/2的样品，用8.4.2.3建立的模型测试其预测值，使用选择定标样品集时采用的羟值测定法（滴定法）测定其参考值，预测值与其参考值间的标准差（SEP）应不大于附录A中的精密度。

8.5 试样的测定

测试样品的温度应与定标模型测试的温度一致。

检查样品中是否有杂质，若杂质较多需要进行过滤。

按照确定的光谱条件，将样品倒入样品池，放入恒温单元中恒温，待样品温度恒定后进行样品测试。选择模型，先进行空白测定（每次分析都要进行空白测定以扣除空白值），再进行样品测定，仪器会直接给出聚酯多元醇的羟值测定结果。

当检测结果存在可疑时，使用定标样品集时采用的羟值测定法（滴定法）进行验证。

8.6 结果表示

同一样品平行测定3次以上，以算术平均值报告结果，精确到小数点后一位，单位为mgKOH/g。

8.7 精密度

精密度要求见附录A。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 标明引用本文件；
- b) 检测方法（方法A、方法B、方法C或方法D，若为方法D，应注明建模时使用的滴定方法）；
- c) 检测结果，羟值为平行样的平均值，以每克试样消耗的氢氧化钾毫克数表示，精确至小数点后一位；
- d) 本文件未规定的可能对结果产生影响的任何因素和细节；
- e) 试验日期；
- f) 供需双方达成的其它细节。

附录 A

(资料性)

精密度

A.1 概述

精密度表示一组测定数据相互接近或分散的程度，在分析化学中，常用重复性和再现性来表示。

A.2 重复性精密度及重复性限

重复性精密度 S_r 是指在重复性条件下，即在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备，按相同的测试方法，在短时间内分析同一样品所得所有结果的标准偏差；

重复性限 r 是指在重复性条件下，测定结果间的最大允许差，取95%置信水平的重复性区间，则 $r=2.83S_r$ ，意义为：在重复性条件下，测试结果的绝对差超过此数的可能性只有5%，因而结果差值超过 r 值时，结果可疑。

A.3 再现性精密度及再现性限

再现性精密度 S_R 是指在再现性条件下，即在不同实验室，由不同的操作员使用不同设备，按相同的分析方法和分析同一样品所得所有结果的标准偏差；

再现性限 R 是指在再现性条件下，测定结果间的最大允许差，取95%置信水平的再现性区间，则 $R=2.83S_R$ ，意义为：在再现性条件下，测试结果的绝对差超过此数的可能性只有5%，因而结果差值超过 R 值时，结果可疑。

A.4 本文件测定方法的精密度

本文件对现有不同种类的聚酯多元醇羟值的测定方法进行了精密度试验，鉴于参加本次验证试验的单位数量有限，只进行了重复性精密度试验并给出了相应的结果，未进行再现性精密度试验。

本文件中的重复性精密度试验针对文件中涉及的方法A、方法B、方法C和方法D四个方法进行；由四个实验室对不同类型、不同羟值水平的聚酯多元醇在重复性条件下进行六平行羟值测定，重复性精密度及重复性限由所得结果计算得出，具体数据见表A.1。

表 A.1 聚酯多元醇羟值测定的重复性精密度及重复性限

单位: mgKOH/g

种类及分级		方法A		方法B		方法C		方法D	
		S _r	r	S _r	r	S _r	r	S _r	r
不含苯环结构的常规聚酯多元醇(含己二酸、丁二酸、癸二酸系)	<120	0.26	0.7	0.19	0.5	—	—	0.15	0.4
	120~250	0.40	1.1	0.52	1.5	—	—	0.18	0.5
含苯环结构的常规聚酯多元醇	<120	0.40	1.1	0.34	1.0	—	—	0.12	0.3
	120~350	0.50	1.4	0.37	1.0	—	—	0.19	0.5
	350~500	0.61	1.7	0.40	1.1	—	—	0.24	0.7
聚己内酯多元醇	<120	0.24	0.7	0.29	0.8	—	—	—	—
	120~350	0.36	1.0	0.39	1.1	—	—	—	—
	350~600	0.75	2.1	0.55	1.6	—	—	—	—
聚碳酸酯多元醇	<70	0.29	0.8	0.24	0.7	—	—	—	—
	70~120	0.44	1.2	0.40	1.1	—	—	—	—
聚碳酸亚丙酯多元醇	<70	—	—	—	—	0.37	1.0	—	—
S _r : 重复性标准差; R: 重复性限 (2.83×S _r)。									