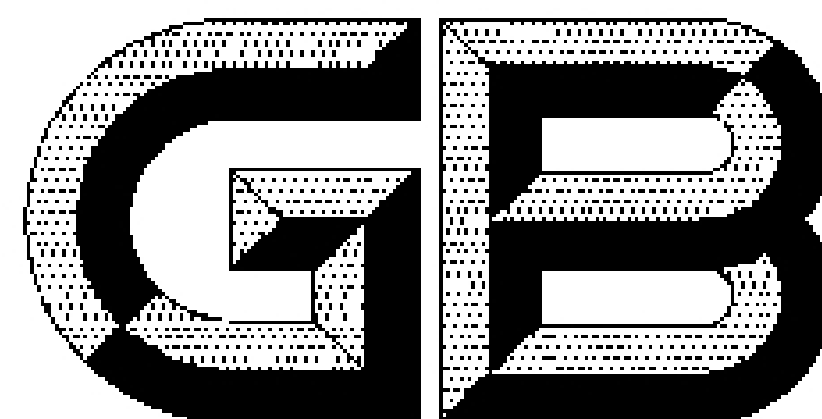




中华人民共和国国家标准

GB/T 16497—2007

代替 GB/T 16497—1996, GB/T 16498—1996

表面活性剂 油包水乳液贮藏稳定性的测定

Surface active agents—
Determination of storage stability of water-in-oil emulsion

2007-08-13 发布

2008-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准经整合后同时代替 GB/T 16497—1996《表面活性剂 油包水乳液稳定性试验方法 第1部分：油包水乳液贮藏稳定性的测定 烘箱法》和 GB/T 16498—1996《表面活性剂 油包水乳液稳定性试验方法 第2部分：油包水乳液贮藏稳定性的测定 低温至室温循环法》。

本标准与 GB/T 16497—1996 和 GB/T 16498—1996 相比较，主要差异如下：

——标准名称规范为《表面活性剂 油包水乳液贮藏稳定性的测定》。

——合并两个国家标准技术内容相同的有关章节。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业表面活性剂标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：上海染料研究所有限公司。

本标准起草人：徐苏梅、顾乃祁。

本标准于 1996 年首次发布。



表面活性剂 油包水乳液贮藏稳定性的测定

1 范围

本标准规定了表面活性剂油包水乳液在不同的温度变化下,乳液稳定性测定方法。

本标准适用于表面活性剂油包水乳液在升高至一恒定温度时以及在室温 $21^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 至 $-18^{\circ}\text{C} \pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 间温度循环变化时,其使用和贮藏稳定性的测定。

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)或修订均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议和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。

GB/T 11275—2007 表面活性剂 含水量的测定

3 采样

为了保证样品的均匀性,在移取试验所需的量以前,必须将样品充分混合。对于 1 L 或 1 L 以下容器,可以用手工剧烈搅动或机械方法混合 3 min~5 min。对于更大的容器,可以适当延长搅拌时间,以保证样品均匀。

4 仪器和设备

- 4.1 恒温烘箱,温度波动范围小于等于烘箱温度与室温之差的 $\pm 1\%$;
- 4.2 刻度量筒,100 mL 具塞玻璃量筒,分刻度为 1 mL,瓶塞带放空槽;
- 4.3 移液管,10 mL;
- 4.4 玻璃瓶,约 30 mL;
- 4.5 冰箱:能恒温控制在 $-18^{\circ}\text{C} \pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 的冰箱或冰柜。

5 测定方法

5.1 烘箱法

方法提要:将 100 mL 样品移入刻度量筒中,将量筒置于 85°C 带鼓风的恒温烘箱内 48 h 或 96 h,再测定样品中分离出来的油和水的量。另外,样品上层和下层指定液位水分含量也可以分别得到。

5.1.1 方法 A:48 h 试验

5.1.1.1 48 h 试验步骤

将 100 mL 样品移入刻度量筒中,盖上瓶塞。将量筒置于恒温于 $85^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的恒温烘箱内 48 h。量筒放于烘箱中部,距烘箱底部至少 75 mm,以保证温度的均匀性。

将量筒从烘箱内移出,在室温下静置 1 h,观察并记录分离出油和水的体积。并将移液管尖端准确地置于量筒 80 mL 刻度处,缓缓移取 10 mL 样品至玻璃瓶中,作为上层试样;再将移液管尖端准确置于量筒 15 mL 刻度处,缓慢移取 10 mL 样品至玻璃瓶中,作为下层试样。

注 1: 当同时进行几个测定时,安放量筒时应避免对流不足而导致烘箱内温度的差异。并且测定样品个数应予以限制。

注 2: 若分离的水的量在体积上等于或超过 10%,下层试样的水分含量为选做步骤。

5.1.1.2 上层试样和下层试样水分含量的测定

将玻璃瓶中的试样震摇后,以 1 : 2 二甲苯-甲醇(体积比)混合溶剂作为试样溶剂,按 GB/T 11275—2007规定的方法测定上层试样和下层试样中水分含量。

5.1.2 方法 B:96 h 试验

本方法中除了将烘箱内放置时间改为 96 h 外,其余步骤同 5.1.1。

5.1.3 精密度:本测定方法的精密度取决于乳液的稳定性

5.1.3.1 I 型:稳定乳液(方法 A 和 B)

5.1.3.1.1 重复性

两次连续测定的结果之差超过表 1 数值的几率不大于二十分之一。

5.1.3.1.2 再现性

两次单独测定的结果之差超过表 1 数值的几率不大于二十分之一。

表 1 I 型乳液的重复性和再现性

	游离油 体积分数/%	游离水 体积分数/%	上层与下层试样水含量之差 体积分数/%
重复性	1	1	10
再现性	3	1	14

5.1.3.2 II 型:不稳定性乳液

关于 96 h 试验精密度的限度与 I 型乳液数量级相同。

5.1.3.3 III 型:临界稳定性乳液

无法制订精密度限度。

5.2 低温至室温循环法

方法提要:将 100 mL 样品装入标有刻度的量筒内,把量筒放入-18℃冰箱内 16 h 后取出,再于室温静置 8 h。此循环步骤共为 9 次,除第 5 次循环在-18℃冰箱内放置 64 h,室温静置 8 h,第 9 次循环在-18℃冰箱内放置 16 h,室温静置 3 h 外,其余皆为重复该项操作。在完成这些循环步骤后,测定样品中分离出来的油和水的量。另外,样品上层和下层指定液位水分含量也可以分别得到。

5.2.1 步骤

5.2.1.1 将 100 mL 样品移入刻度量筒中,盖上瓶塞,将量筒在-18℃±1.5℃的冰箱内放置 16 h,然后从冰箱内取出,在室温下放置 8 h。

5.2.1.2 重复 5.2.1.1 循环步骤 3 次。

5.2.1.3 将量筒在冰箱内放置 64 h,取出后在室温放置 8 h。

5.2.1.4 重复 5.2.1.1 循环步骤 4 次,其中最后一次循环,在室温放置时间为 3 h。

5.2.1.5 观察并记录分离出来的油和水的体积。并将移液管尖端准确地置于量筒 80 mL 刻度处,缓缓移取 10 mL 样品至玻璃瓶中,作为上层试样;再将移液管尖端准确置于量筒 15 mL 刻度处,缓慢移取 10 mL 样品至玻璃瓶中,作为下层试样。

5.2.1.6 将玻璃瓶中的试样震摇后,以 1 : 2 二甲苯-甲醇(体积比)混合溶剂作为试样溶剂,按 GB/T 11275—2007规定的方法测定上层试样和下层试样中水分含量。

5.2.2 精密度:本测定方法的精密度取决于温度循环变化中乳液的不稳定性。

5.2.2.1 I 型:稳定乳液

5.2.2.1.1 重复性

两次连续测定的结果之差超过表 2 数值的几率不大于二十分之一。

5.2.2.1.2 再现性

两次单独测定的结果之差超过表 2 数值的几率不大于二十分之一。

表 2 I 型乳液的重复性和再现性

	游离油 体积分数/%	游离水 体积分数/%	上层与下层试样水含量之差 体积分数/%
重复性	1	1	3
再现性	2	2	3

5.2.2.2 II 型：不稳定性乳液

测定结果随样品通过温度循环变化引起的不稳定性而改变，因此不能设定精密度限度。

6 检验报告

- a) 指明采用的是烘箱法还是低温至室温循环法，如是烘箱法，还要指明是方法 A 还是方法 B；
- b) 分离油的体积分数，以 % 表示；
- c) 分离水的体积分数，以 % 表示；
- d) 上层试样中水分含量的质量分数，以 % 表示；
- e) 下层试样中水分含量的质量分数，以 % 表示。

