



中华人民共和国国家标准

GB/T 5559—2010/ISO 1065:1991
代替 GB/T 5559—1993

环氧乙烷型及环氧乙烷-环氧丙烷嵌段 聚合型非离子表面活性剂 浊点的测定

Non-ionic surface active agents obtained from ethylene
oxide and ethylene oxide/propylene oxide block
copolymers—Determination of cloud point

(ISO 1065:1991, Non-ionic surface active agents obtained from
ethylene oxide and mixed non-ionic surface active agents—
Determination of cloud point, IDT)

2011-01-04 发布

2011-12-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 5559—1993《环氧乙烷型及环氧乙烷-环氧丙烷嵌段聚合型非离子表面活性剂浊点的测定》，与 GB/T 5559—1993 相比，主要技术变化如下：

- 增加了前言；
- 增加了一个引用文件；
- 增加了精密度章节；
- 增加了试验报告章节；
- 增加了采样章节；
- 提高采标程度；
- 本标准用锥形瓶替代碘量瓶；
- 删除了原标准中的 5.3 以及 7.3.2.2。

本标准使用翻译法等同采用国际标准 ISO 1065:1991《由环氧乙烷制得的非离子表面活性剂及混合的非离子表面活性剂——浊点的测定》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 22362—2008 实验室玻璃仪器 烧瓶(ISO 1773:1997, NEQ)

为了便于使用，本标准做了下列编辑性修改：

- 将标准名称改为《环氧乙烷型及环氧乙烷-环氧丙烷嵌段聚合型非离子表面活性剂 浊点的测定》。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(特种)界面活性剂分技术委员会(SAC/TC63/SC8)归口。

本标准起草单位：浙江皇马科技股份有限公司、上海染料研究所有限公司。

本标准主要起草人：李琴、钱建芳、黄伟卿。

本标准历次版本发布情况为：

- GB/T 5559—1985、GB/T 5559—1993。

环氧乙烷型及环氧乙烷-环氧丙烷嵌段 聚合型非离子表面活性剂 浊点的测定

1 范围

本标准规定了测定非离子表面活性剂浊点的 5 种方法。

方法 A、B 及 C, 主要适用于由环氧乙烷与亲油物缩合衍生的不含氧丙烯基的非离子表面活性剂。选择 A 法、B 法或 C 法取决于被测产品水溶液变浑浊时的温度。

方法 D 和 E 拟供 A、B、C 法均不适用的产品, 经有关各方协议后采用。这类产品包括混合非离子表面活性剂, 如由环氧乙烷/环氧丙烷嵌段共聚物衍生的非离子表面活性剂。D 法和 E 法的选择取决于被测产品的酸性水溶液变混浊时的温度。但 E 法不适用于由脂肪酸或脂肪酸酯衍生的产品。

注: 由脂肪酸或脂肪酸酯衍生的产品, 其浊点只有在证实了测定的重复性后才能测定。

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, 仅所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 6367 表面活性剂 已知钙硬度水的制备(GB/T 6367—1997, idt ISO 2174:1990)

GB/T 6372—2006 表面活性剂和洗涤剂 样品分样方法(ISO 607:1980, IDT)

ISO 1773:1976 实验室玻璃仪器 烧瓶

3 方法的选择

注: 某些相当纯的环氧乙烷衍生物, 如溶解在电导率极低的蒸馏水中, 可能不能测定其混浊温度。这种情况下, 溶液在一定的温度并不变混浊, 而仅观察到澄清度略微减少。不过, 用氯化钠水溶液(234 mg/L)代替蒸馏水, 可测定混浊温度。

3.1 方法 A

若试样的水溶液在 10℃~90℃间变混浊, 则在蒸馏水中进行测定(见 8.1)。

3.2 方法 B

若试样的水溶液在低于 10℃时变混浊或试样不能充分溶解于水时, 则在 25%(质量分数) 二乙二醇丁醚水溶液中进行测定(见 8.2)。本方法不适用于某些含环氧乙烷低的试样, 以及不溶于 25%(质量分数) 二乙二醇丁醚溶液的试样。

3.3 方法 C

若试样的水溶液在高于 90℃时变混浊, 则需在密封安瓿内进行测定。使用密封安瓿可使操作在压力下进行, 以达到比在大气压下溶液的沸点还要高的温度(见 8.3)。

注: 如有关各方同意, 也可测定在盐溶液中的浊点, 但该方法不很灵敏, 并且在盐溶液得到的结果与密封安瓿瓶法得到的结果之间也没有简单的相关性。

3.4 方法 D

若试样的酸性水溶液在 10℃~90℃ 间变混浊,则在浓度 $c(\text{HCl})=1.0\text{ mol/L}$ 的盐酸标准溶液中进行测定(见 8.4)。

3.5 方法 E

若试样的酸性水溶液在高于 90℃ 时变混浊,则在每升含 50 g 正丁醇及 0.04 g 钙离子(Ca^{2+})的水溶液中进行测定(见 8.5)。

4 原理

将规定浓度的试样溶液,在测试条件下加热至液体完全不透明,冷却并不断搅拌,观察在不透明消失时的温度。

5 试剂和溶液

分析时,除非另有规定,只用认可的分析纯试剂和蒸馏水或纯度相当的水。

5.1 二乙二醇丁醚溶液

化学纯,25%(质量分数)溶液。

二乙二醇丁醚 $[\text{C}_4\text{H}_9\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{OH}]$ 具有以下性质:

——密度: $\rho_{20}=(0.945\pm0.002)\text{ g/mL}$;

——折射率: $n_D^{20}=1.432\pm0.001$;

——含水量: $<0.1\%$ (质量分数)。

注:其中若含有不同量的杂质,对浊点有一定程度的影响。

5.2 盐酸溶液

浓度 $c(\text{HCl})=1.0\text{ mol/L}$ 。

5.3 钙-丁醇溶液

每升含有 50 g 正丁醇及 0.04 g 钙离子(Ca^{2+})水溶液。按 GB/T 6367 配制已知钙硬度的水。

6 仪器和设备

普通实验室仪器,及:

- 6.1 锥形瓶,容量为 250 mL。符合 ISO 1773:1976。
- 6.2 温度计,分度为 0.1℃,具有适用于试样被测温度的范围。
- 6.3 量筒,容量为 100 mL。
- 6.4 烧杯,容量为 1 000 mL,装有透明导热体(例如乙二醇)。
- 6.5 试管,容量为 20 mL。
- 6.6 安瓶,外径 14 mm,内径 12 mm,高 120 mm 的安全玻璃制成,外罩丝网。
- 6.7 分析天平。
- 6.8 常规加热器。

6.9 磁力搅拌器(具加热功能)。

7 取样

表面活性剂实验室样品应按 GB/T 6372—2006 规定制备和贮存。

8 测定步骤

要点:浊点与结合到基分子上的环氧乙烷数有关,又取决于溶液的浓度。因此,以明确规定的浓度进行试验室至关重要的。

8.1 方法 A

8.1.1 试样

称取试样 0.5 g(见第 7 章),精确至 0.01 g。

8.1.2 测定

将试样放入锥形瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,摇匀,使试样完全溶解。

将 15 mL 试样溶液倒入试管中,插入温度计,然后将试管移入烧杯中,加热,用温度计轻轻搅拌直至溶液完全呈混浊状(溶液的温度应不超过混浊温度 10 °C),停止加热,试管仍保留在烧杯中,用温度计轻轻搅拌溶液,使其慢慢冷却,记录混浊消失时的温度。

注:视非离子产品的性质及其制备原料的纯度,液体可能保持清澈或乳色(见第 3 章注,关于物质的纯度)。

用不同的试样平行测定二次,平行测定结果之差不大于 0.5 °C。

8.2 方法 B

8.2.1 试样

称取试样 5 g(见第 7 章),精确至 0.01 g。

8.2.2 测定

将试样放入锥形瓶中,加 45 g 二乙二醇丁醚溶液,摇匀,使试样完全溶解。操作同方法 A(见 8.1.2,从第二段开始)。

8.3 方法 C

8.3.1 试样

称取试样 0.5 g(见第 7 章),精确至 0.01 g。

8.3.2 测定(安瓿法)

将试样放入锥形瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,摇匀,使试样完全溶解。

用管吸取试样溶液加入安瓿中,深度约 40 mm,用火将安瓿口封死,再用丝网将安瓿罩住,移入装有导热体的烧杯中,安瓿上端略伸出烧杯。为防止因封口不好而产生的安瓿爆裂,在装置前应放置安全玻璃或透明塑料保护屏。测试装置见图 1 所示。

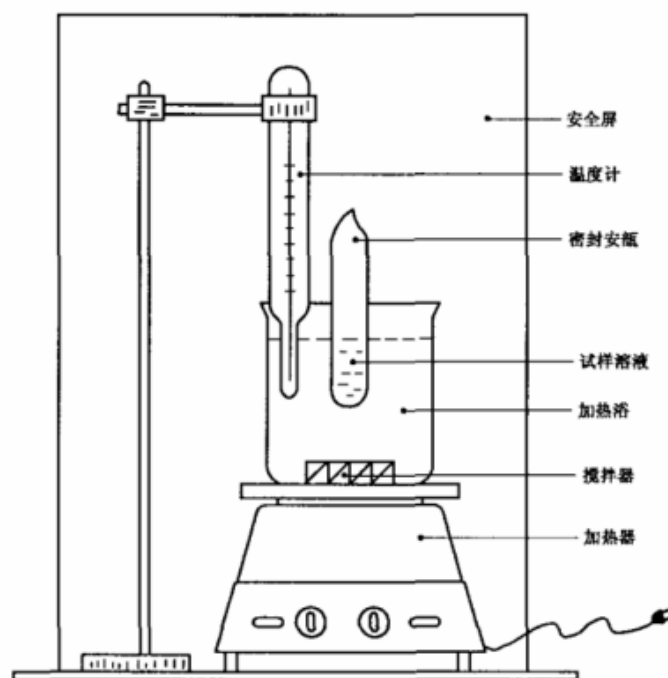


图 1 方法 C 的测试装置图

将温度计插入加热浴内安瓿旁,开动磁搅拌器并加热。当安瓿内液体变混浊时,停止加热,继续搅拌,使其冷却,如同方法 A 所述(见 8.1.2),记录混浊完全消失时的温度。

用不同的试样,进行几次温度测定,直至得到至少两次结果之差不高于 0.5 ℃。

注:如有关各方同意,可在盐溶液中测定浊点,而不用密封安瓿。该方法与方法 A(见 8.1)相似,但溶解表面活性剂于 100 mL 50 g/L 氯化钠水溶液中,而不是 1 000 mL 蒸馏水中。

8.4 方法 D

8.4.1 试样

称取试样 1 g(见第 7 章),精确至 0.01 g。

8.4.2 测定

将试样放入锥形瓶中,加入 50 mL 盐酸水溶液,摇匀,使试样完全溶解,再加入盐酸溶液至最终体积为 100 mL。

将 15 mL 该溶液加入试管,插温度计于管内,置试管于烧杯内,然后用加热器加热,同时用温度计搅拌溶液至完全不透明。(不透明性以模糊带状出现,然后聚结。溶液温度应不比不透明性出现时的温度超过 10 ℃)。搅拌使其缓慢冷却。记下不透明带消失时的温度。

注:视非离子产品的性质及其制备原料的纯度,液体可能保持清澈或乳色(见第 3 章注)。

用不同的试样,进行几次温度测量,直至得到至少两次结果之差不高于 0.5 ℃。

8.5 方法 E

8.5.1 试样

称取试样 1 g(见第 7 章),精确至 0.01 g。

8.5.2 测定

将试样放入锥形瓶中,加入 100 mL 钙-丁醇水溶液,摇匀,使试样完全溶解。操作同方法 D (见 8.4.2 第二段开始)。

9 分析结果的表述

平行测定结果的差值不高于 0.5 °C,取平行测定算术平均值为测定结果。将非离子表面活性剂溶液重新变清或变乳色的平均温度表示至小数第一位,并说明测定时所用介质。

例如:

- 5 g/L 蒸馏水溶液的浊点;
- 100 g/kg 乙二醇丁醚溶液的浊点;
- 5 g/L 溶液在密封安瓿内的浊点;
- 10 g/L 1 mol/L 盐酸溶液的浊点;
- 10 g/L 钙-丁醇溶液的浊点。

10 精密度

10.1 重复性

由同一分析者对同一样品,同时或相继迅速进行的两次测定结果之差应不超过 0.5 °C。

10.2 再现性

同一样品由两个不同的实验室测得结果之差应不超过 1 °C。

11 实验报告

实验报告应包括以下内容:

- 完全鉴别样品所需的全部资料;
 - 本标准所引用的标准及方法;
 - 测量的介质;
 - 结果及表示单位;
 - 测定时所注意的异常现象;
 - 本标准未规定或任选的所有操作。
-