



中华人民共和国国家标准

GB/T 7385—2012
代替 GB/T 7385—1994

非离子型表面活性剂 聚乙氧基化衍生物中 氧乙烯基含量的测定 碘量法

Non-ionic surface active agents—Polyethoxylated derivatives—
Iodometric determination of oxyethylene groups

(ISO 2270:1989, MOD)

2012-12-31 发布

2013-08-01 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。

本标准代替 GB/T 7385—1994《非离子型表面活性剂 聚乙氧基化衍生物中氧乙烯基含量的测定 碘量法》，与 GB/T 7385—1994 相比，主要变化如下：

- 增加了前言；
- 改变了“淀粉溶液”的配制方法(见 4.7, 1994 版的 4.7)；
- 增加了“空白试验”(见 6.3)；
- 增加了“试验报告”(见第 8 章)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 2270:1989《非离子型表面活性剂 聚乙氧基化衍生物 氧乙烯基团的碘量法测定》。

本标准与 ISO 2270:1989 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本标准与 ISO 2270:1989 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 2270:1989 的技术性差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本标准做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 增加引用了 GB/T 601—2002(见 4.6)；
- 增加引用了 GB/T 683—2006(见 4.4)；
- 增加引用了 GB/T 1272—2007(见 4.2)；
- 增加引用了 GB/T 1282—1996(见 4.3)；
- 增加引用了 GB/T 6682—2008(见 4.1)；
- 删除了 ISO 383:1976 以及 ISO 385.1:1984。

——增加 5.5，为了测试操作更为方便，便于称样棒的放置；

——图 1 中增加 F，因为“仪器与设备”中已经增加了称样棒插座，也应给出图示。

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/TC 63/SC 8)归口。

本标准起草单位：浙江皇马科技股份有限公司。

本标准主要起草人：唐福伟、马夏坤、郭晓峰、马定连。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 7385—1987、GB/T 7385—1994。

非离子型表面活性剂 聚乙氧基化衍生物中 氧乙烯基含量的测定 碘量法

1 范围

本标准规定了用碘量法测定聚氧乙烯型表面活性剂中氧乙烯基团的含量。

本标准适用于饱和伯脂肪醇、油醇、饱和脂肪酸、直链和支链的烷基酚的聚乙氧基化衍生物。若衍生物中有未反应的醇、脂肪酸或烷基酚存在时,本标准也适用。

若衍生物中含硫或氮、在连接氧乙烯基相邻碳原子上还含有氧或卤素(如含氧丙烯基)、醛或缩醛、甾醇等,本标准不适用。

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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 683—2006 化学试剂 甲醇

GB/T 1272—2007 化学试剂 碘化钾

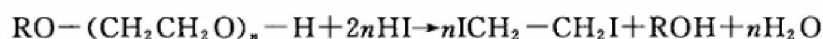
GB/T 1282—1996 化学试剂 磷酸(ISO 6353-2:1983,MOD)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

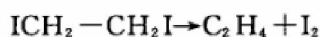
3 原理

氧乙烯基被新生成的氢碘酸水解,释出的碘用硫代硫酸钠标准溶液滴定,从而计算出氧乙烯基的质量分数。

基本反应式如下:



不稳定的二碘乙烷在加热情况下被分解:



注:如果R是一个烷基,ROH将被转化为RI。乙烯基团(以及油醇中所有的乙烯基团)将与HI反应,生成稳定的碘化物。

4 试剂和溶液

4.1 试验用水

符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水要求。

4.2 碘化钾

符合 GB/T 1272—2007 的技术要求。

4.3 磷酸

符合 GB/T 1282—1996 的技术要求。

4.4 甲醇

符合 GB/T 683—2006 的技术要求。

4.5 碘化钾溶液

100 g 碘化钾溶解于 1 L 水中,备用。

4.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中规定配制。

4.7 淀粉溶液

将 5 g 可溶性淀粉和 10 g 碘化汞用 30 mL 水混合,然后加到 1 000 mL 沸水中,煮沸 3 min。

4.8 氮气或二氧化碳

5 仪器

5.1 磨口圆底烧瓶(见图 1 和图 2)

容量为 50 mL。

5.2 进气管(见图 1 和图 2)

当进气管插入圆底烧瓶时,其末端应离圆底部约 10 mm。

5.3 水冷式或回流冷凝器(见图 1 和图 2)

5.4 球形吸收器(见图 1 和图 2)

容量为 7 mL~10 mL。

5.5 称样棒插座(见图 1 和图 2)

称样时作为称样棒插座。

5.6 称样棒(见图 1 和图 2)

由一根实心玻璃棒及其一端有宽口的锥形面组成。

5.7 油浴

温度能控制在 $165\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

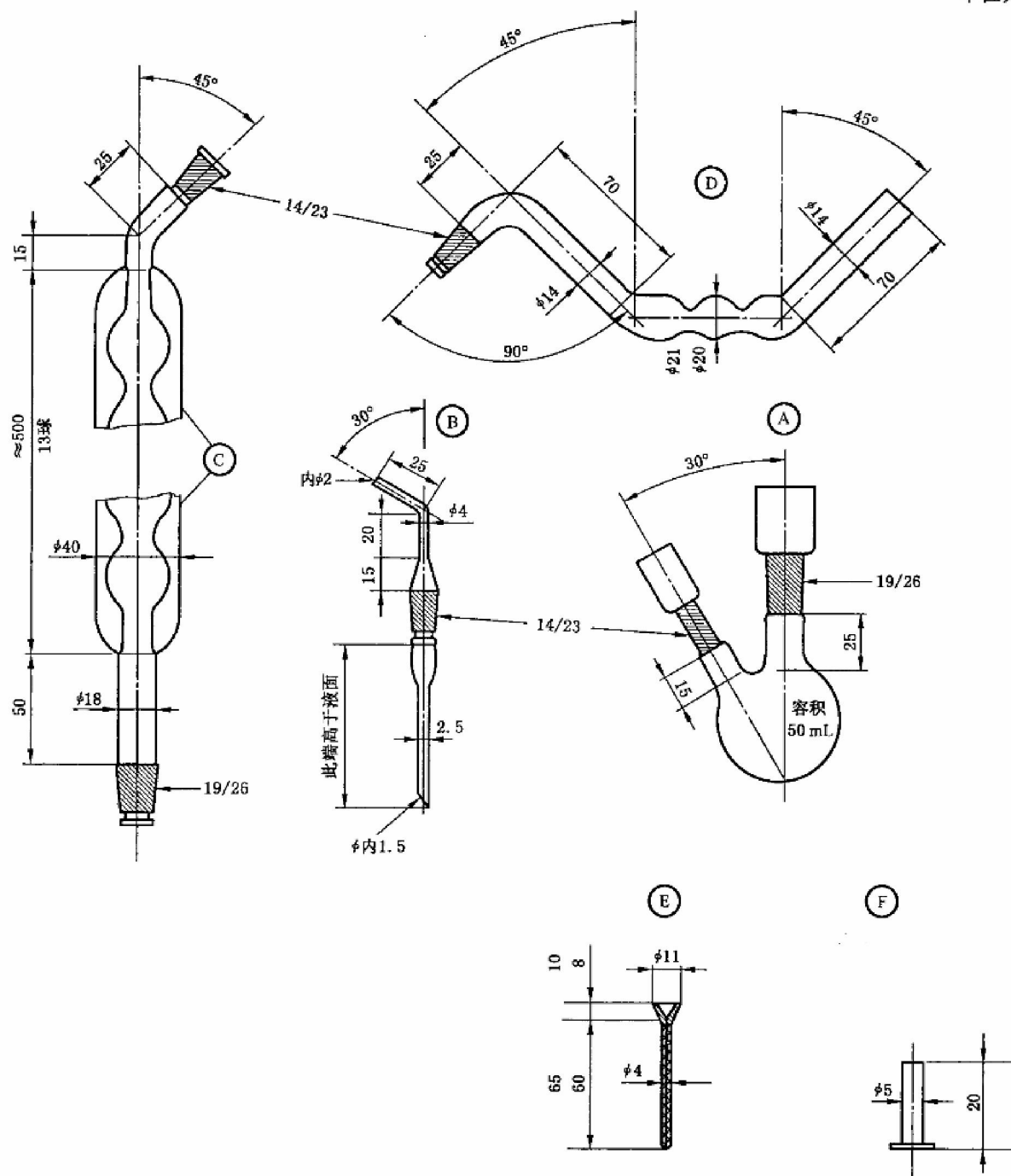
5.8 流量计

测量气体流量范围在 $0.1\text{ mL/s}\sim 1\text{ mL/s}$ 。

5.9 滴定管

容量为 50 mL。

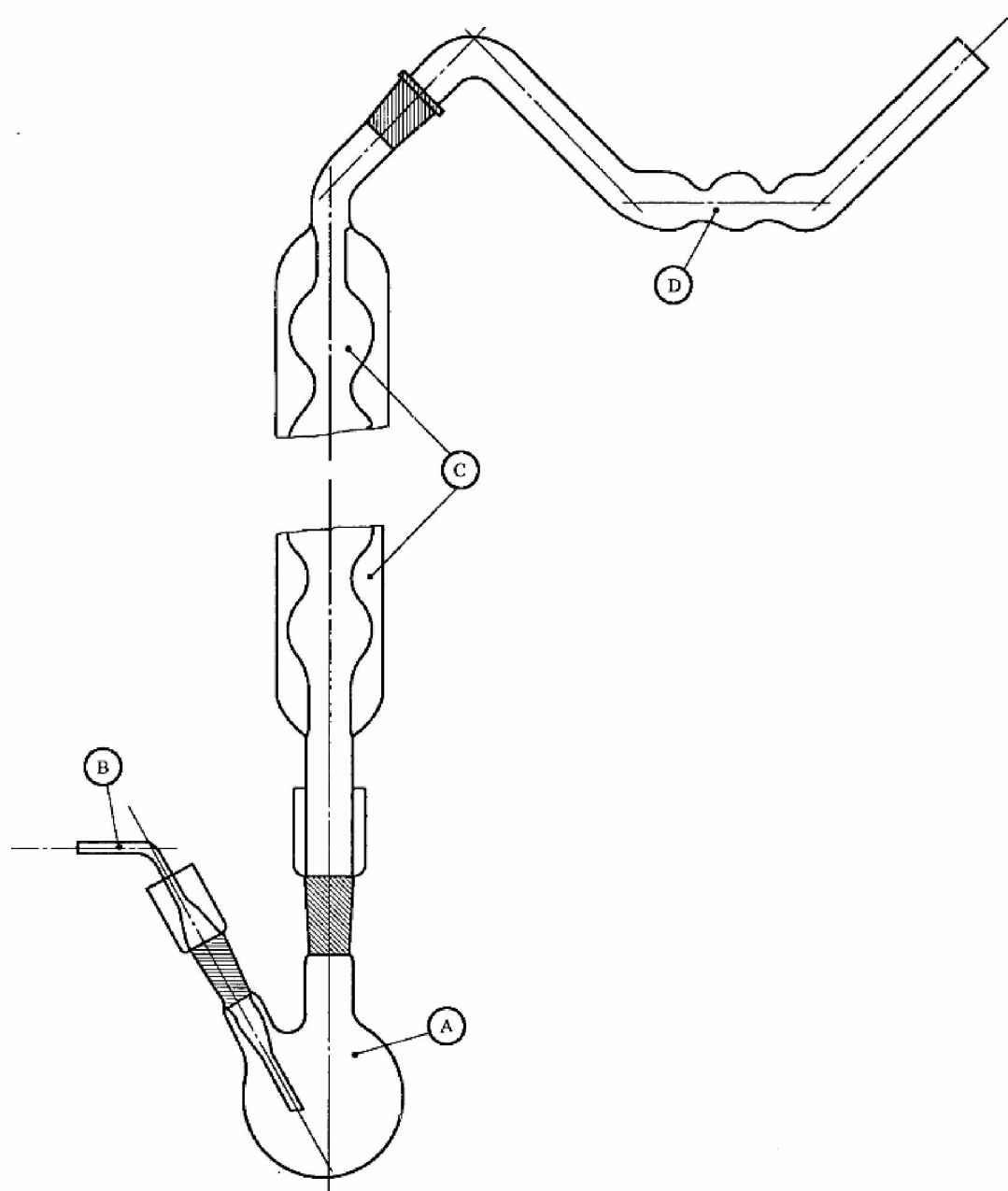
单位为毫米



说明:

- A —— 带两磨口的圆底烧瓶；
- B —— 进气管；
- C —— 水冷式回流冷凝器；
- D —— 球形吸收器；
- E —— 称样棒；
- F —— 称样棒插座。

图 1 玻璃仪器详图



说明：

- A ——带两磨口的圆底烧瓶；
- B ——进气管；
- C ——水冷式回流冷凝器；
- D ——球形吸收器。

图 2 安装好的装置

6 测定步骤

6.1 称样

将试样称在称样棒一端的锥形面中,精确至 0.1 mg。含氧乙烯基量低于 33%(质量分数)试样,称取 60 mg~300 mg。

含氧乙烯基量高于 33%(质量分数)的试样,称取 20 mg~100 mg。

6.2 测定

将圆底烧瓶倒扣在装有试样的称样棒上,然后将烧瓶直立,使棒滑到烧瓶内,带锥形面的一端在烧杯底部。

加 3 g 碘化钾于烧瓶中。将进气管和冷凝器与烧瓶接上,用少量磷酸作为磨口玻璃接头的润滑剂。在液封槽中放入磷酸。

将氮气或二氧化碳通入烧瓶,流量略大于 0.5 mL/s。至少通 20 min。

在不中断气流情况下,将烧瓶、冷凝器、进气管等整套移入油浴,从冷凝器上口加入 5 mL 磷酸至烧瓶中,然后将球形吸收器与冷凝器另一头相接,并加 7 mL~10 mL 碘化钾溶液至球形吸收器中。油浴温度控制在 $165\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,同时将气体流量减至 0.1 mL/s~0.5 mL/s。

反应进行 30 min,在后 20 min 要求油浴温度不超过规定值。

将烧瓶从油浴中移出,在不中断气流下,冷却到 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下。

停止通气,快速地将球形吸收器绕接口轴转动,使球形吸收器内液体通过冷凝器进入烧瓶。再将球形吸收器转到原来的位置,放入 7 mL~10 mL 碘化钾溶液。如前所述,转入冷凝器接口和进气管接口,洗液均收集在烧瓶内。

将烧瓶内液体移到 250 mL 锥形瓶中,用水及几毫升碘化钾溶液洗涤烧瓶。若有未溶解的残渣,可加几毫升甲醇使之溶解,并倒入锥形瓶中。

用硫代硫酸钠标准溶液滴定,当碘的以上颜色快消失时,加入淀粉溶液,继续滴定至蓝色消失为终点。

6.3 空白试验

在测定试样的同时,用相同试剂,按照同样的测定步骤,不加试样进行平行操作。

7 分析结果的表述

7.1 计算

氧乙烯基含量的质量分数以 w 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_0)c \times 0.022 \times 100}{m} = \frac{2.2(V_1 - V_0)c}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——试样消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.022 ——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氧乙烯基的质量;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.2 重复性

同一分析者,使用同一仪器,对相同试样平行测试两次,取其算术平均值为测定结果。对于含氧乙烯基量大于 10%(质量分数)的试样,结果之差值应不大于平均值的 15%。

7.3 再现性

相同的试样,在两个不同实验室所测得结果之差,对于含氧乙烯基量大于 10%(质量分数)的试样,

应大于平均值的 3%。

8 试验报告

在试验报告中,应包括以下内容:

- 完成试样检测所需的全部资料;
- 所用的方法;
- 所得结果和所用的表示方法;
- 本标准未规定或任选的所有操作。

附 录 A

(资料性附录)

本标准与 ISO 2270:1989 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 2270:1989 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 2270:1989 的章条编号对照情况

本标准章条编号	对应的 ISO 章条编号
4.1	第 4 章的悬置段
4.8	4.1
5.5	—
5.6	5.5
5.7	5.6
5.8	5.7
5.9	5.8
7.2	7.2.1
7.3	7.2.2