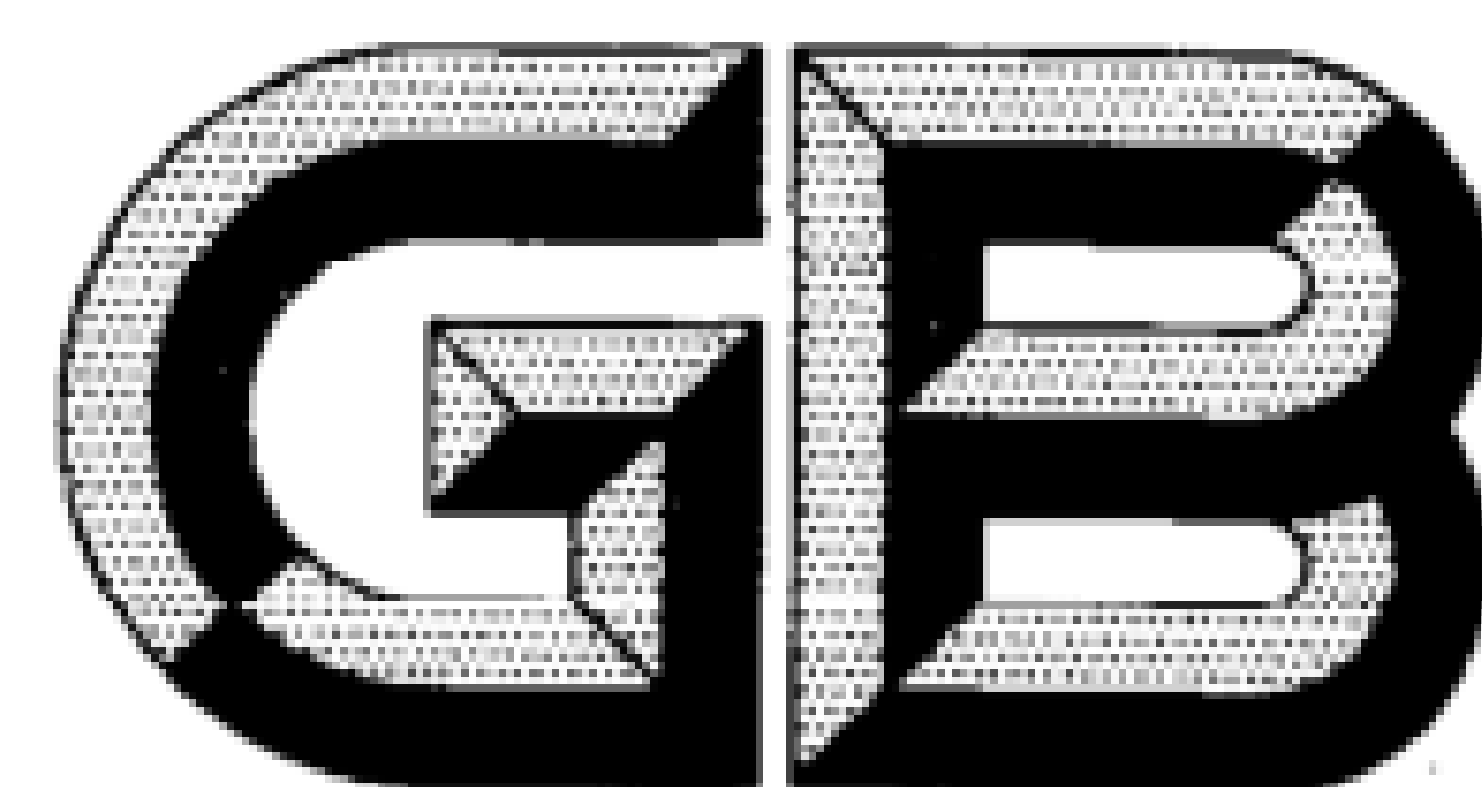




中华人民共和国国家标准

GB/T 5559—93

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

1993-08-06 发布

1994-09-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

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

GB/T 5559—93

代替 GB 5559—85

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

本标准等效采用国际标准 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》。

1 主题内容及适用范围

本标准规定了五种(A、B、C、D及E)测定非离子表面活性剂浊点的方法。

方法A、B及C,主要适用于由脂肪醇、脂肪酸、脂肪酸酯、脂肪胺、烷基酚等亲油性化合物与环氧乙烷缩合而成的非离子表面活性剂浊点的测定。

方法D和E,主要适用于环氧乙烷-环氧丙烷嵌段聚合非离子表面活性剂浊点的测定。

由脂肪酸或脂肪酸酯一类亲油性化合物与环氧乙烷-环氧丙烷嵌段聚合而成的非离子表面活性剂,方法E通常是不适用的,但只有在测定中被证实具有重现性时方能采用。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 6367 表面活性剂 已知钙硬度水的制备

3 方法的选用

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。

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%(m/m)二乙二醇丁醚水溶液中进行测定。本方法不适用于某些含环氧乙烷低的试样,以及不溶于25%(m/m)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。

另外也可用氯化钠水溶液代替蒸馏水,按方法A测定试样浊点,但测得的结果与用安瓿测得的结果不呈简单的相关关系。

3.4 方法D

国家技术监督局1993-08-06批准

1994-09-01实施

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。

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。

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

5.1 水:实验室用蒸馏水。

5.2 二乙二醇丁醚溶液:化学纯,25%(m/m)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 $<1\%(m/m)$ 。

其中若含有不同量的杂质,对浊点有影响。

5.3 氯化钠(GB 1266)溶液:50 g/L;

5.4 钙-丁醇(HG 3—1012)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 6367 配制已知钙硬度的水;

5.5 盐酸(GB 622)标准溶液:浓度 $c(\text{HCl})=1.0 \text{ mol/L}$ 。

6 仪器、设备

6.1 温度计:分度为 0.1℃,具有适用于试样被测温度的范围;

6.2 碘量瓶¹⁾:容量为 250 mL;

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 安瓿: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 具有加热的磁搅拌器。

7 测定步骤

7.1 方法 A

7.1.1 试样

称取试样 0.5 g,精确至 0.01 g。

7.1.2 测定

将试样放入碘量瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,摇匀,使试样完全溶解。

采用说明:

1) ISO 1065 中用锥形瓶。

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。

平行测定二次,平行测定结果之差不大于 0.5°C 。

7.2 方法 B

7.2.1 试样

称取试样 5 g,精确至 0.01 g。

7.2.2 测定

将试样放入碘量瓶中,加 45 g 二乙二醇丁醚溶液(5.2),摇匀,使试样完全溶解。操作同方法 A(从 7.1.2 条第二段开始)。

7.3 方法 C

7.3.1 试样

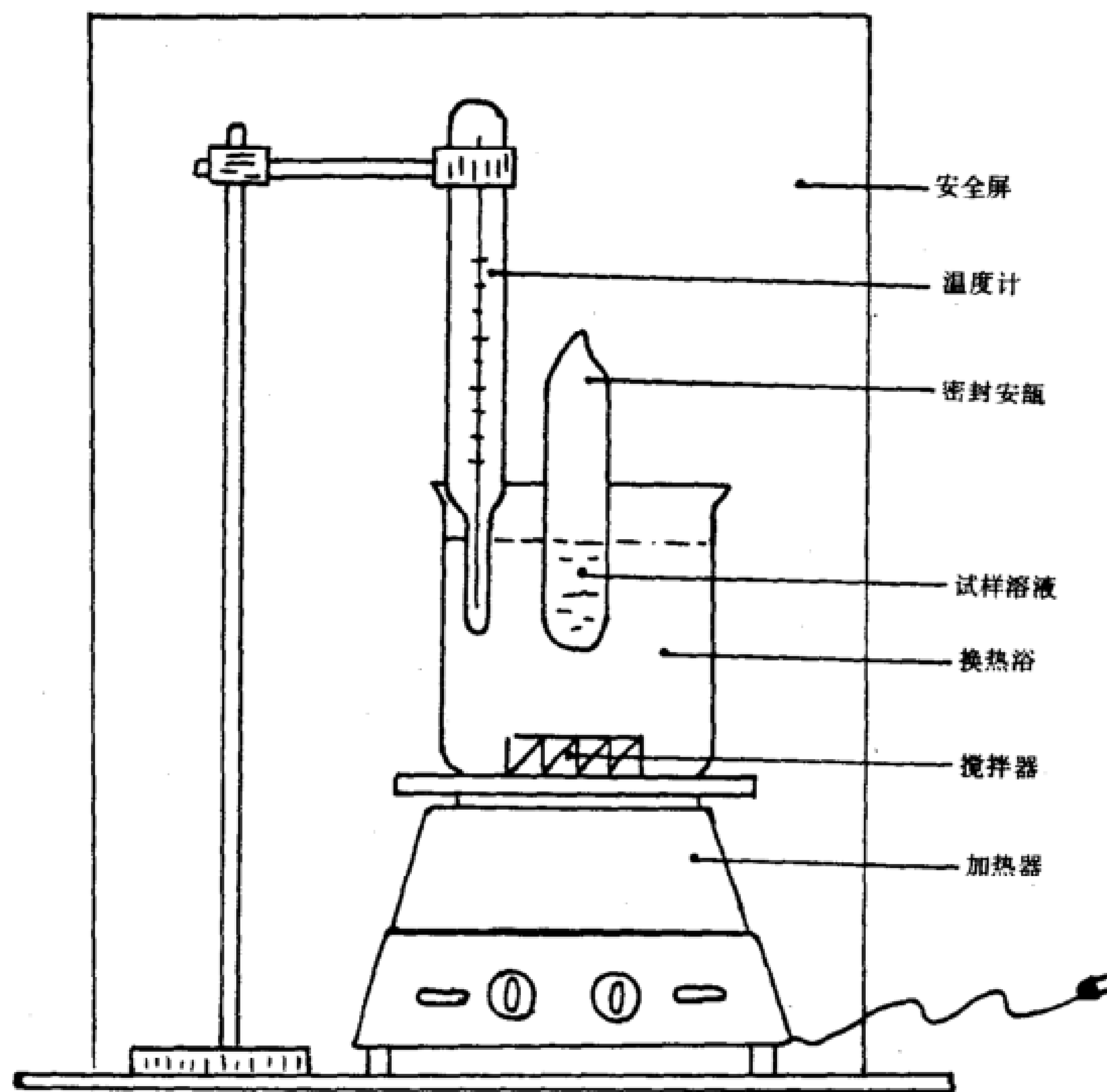
称取试样 0.5 g,精确至 0.01 g。

7.3.2 测定

7.3.2.1 安瓿法

将试样放入碘量瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,摇匀,使试样完全溶解。

用吸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。



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,记录混浊完全消失时的温度。

平行测定二次,平行测定结果之差不大于 0.5°C 。

7.3.2.2 盐水测定法

将试样放入碘量瓶中,加入 100 mL 氯化钠溶液(5.3),摇匀,使试样完全溶解。操作同方法 A (从 7.1.2 条第二段开始)。

7.4 方法 D

7.4.1 试样

称取试样 1 g,精确至 0.01 g。

7.4.2 测定

将试样放入碘量瓶中,加入 50 mL 盐酸水溶液(5.5),摇匀,使试样完全溶解,再加入 50 mL 盐酸水溶液(5.5)。操作同方法 A (从 7.1.2 条第二段开始)。

7.5 方法 E

7.5.1 试样

称取试样 1 g,精确至 0.01 g。

7.5.2 测定

将试样放入碘量瓶中,加入 100 mL 钙-丁醇水溶液(5.4),摇匀,使试样完全溶解。操作同方法 A (从 7.1.2 条第二段开始)。

8 分析结果的表述

平行测定结果的差值不大于 0.5°C ,取平行测定算术平均值为测定结果,并说明测定时所用介质。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由上海市染料研究所归口。

本标准由上海市染料研究所负责起草。

本标准起草人蔡汨君。

(京)新登字 023 号

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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 油点的测定

GB/T 5559—93

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字

1994 年 5 月第一版 1994 年 5 月第一次印刷

印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-10587 定价 1.50 元

*

标 目 240—18