



中华人民共和国国家标准

GB/T 7385—94

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

1994-12-22 发布

1995-10-01 实施

国家技术监督局 发布

(京)新登字 023 号

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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

GB/T 7385—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
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 11 千字

1995 年 7 月第一版 2002 年 9 月第二次印刷

印数 2 001—2 100

*

书号: 155066 · 1-11597 定价 8.00 元

*

标 目 267—26

中华人民共和国国家标准

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

GB/T 7385—94

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

代替 GB 7385—87

本标准等效采用 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》。

1 主题内容及适用范围

本标准规定了用碘量法测定聚氧乙烯型非离子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 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

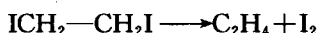
3 原理

氧乙烯基被新生的氢碘酸水解,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百分含量。

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 实验室用水(GB 6682);三级;

4.2 碘化钾(GB 1272);

4.3 磷酸(GB 1282): ρ_{20} 近似 1.70 g/mL;

4.4 甲醇(GB 683): $\rho_{20}=0.79$ g/mL;

国家技术监督局 1994-12-22 批准

1995-10-01 实施

- 4.5 碘化钾溶液:100 g/L;
- 4.6 硫代硫酸钠标准溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。按 GB 601 中 4.6 条配制;
- 4.7 淀粉溶液:将 0.5 g 可溶性淀粉和 1 g 碘化汞用少量水混合,然后加到 100 mL 沸水中,煮沸 3 min;
- 4.8 氮气或二氧化碳。

5 仪器、设备

通用实验室仪器及下列设备(见图 1 和图 2):

- 5.1 磨口圆底烧瓶:容量为 50 mL;
- 5.2 进气管:当进气管插入圆底烧瓶时,其末端应离圆底烧瓶底部约 10 mm;
- 5.3 水冷式回流冷凝器;
- 5.4 球形吸收器:容量为 7~10 mL;
- 5.5 称样棒插座:称样时作为称样棒的插座¹⁾;
- 5.6 称样棒: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 $165\pm 1^\circ\text{C}$;
- 5.8 流量计:测量气体流量范围在 0.1~1 mL/s;
- 5.9 滴定管:容量为 50 mL。

采用说明:

1) ISO 2270—1989 中无此设备。

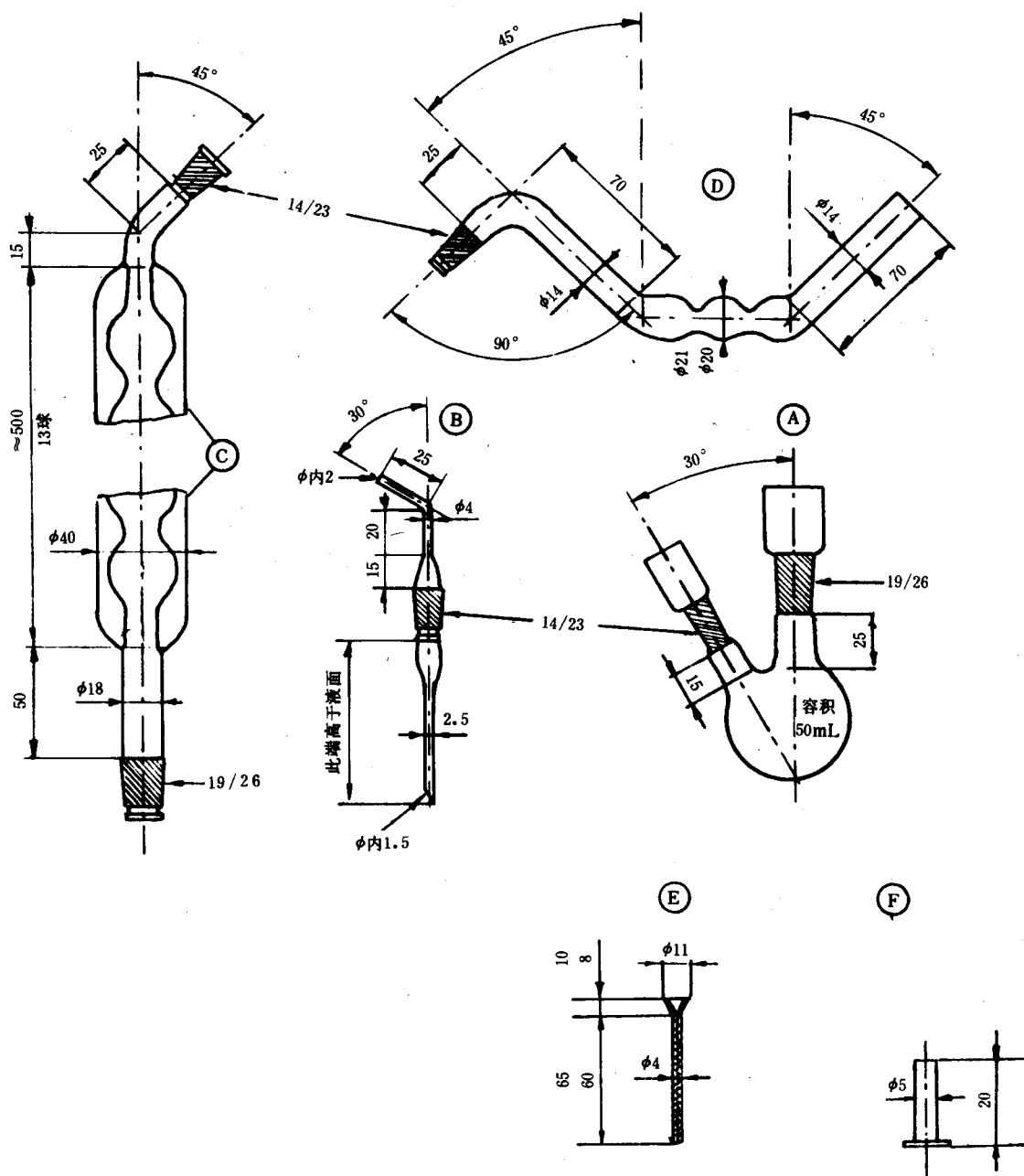


图 1 玻璃零件详图

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

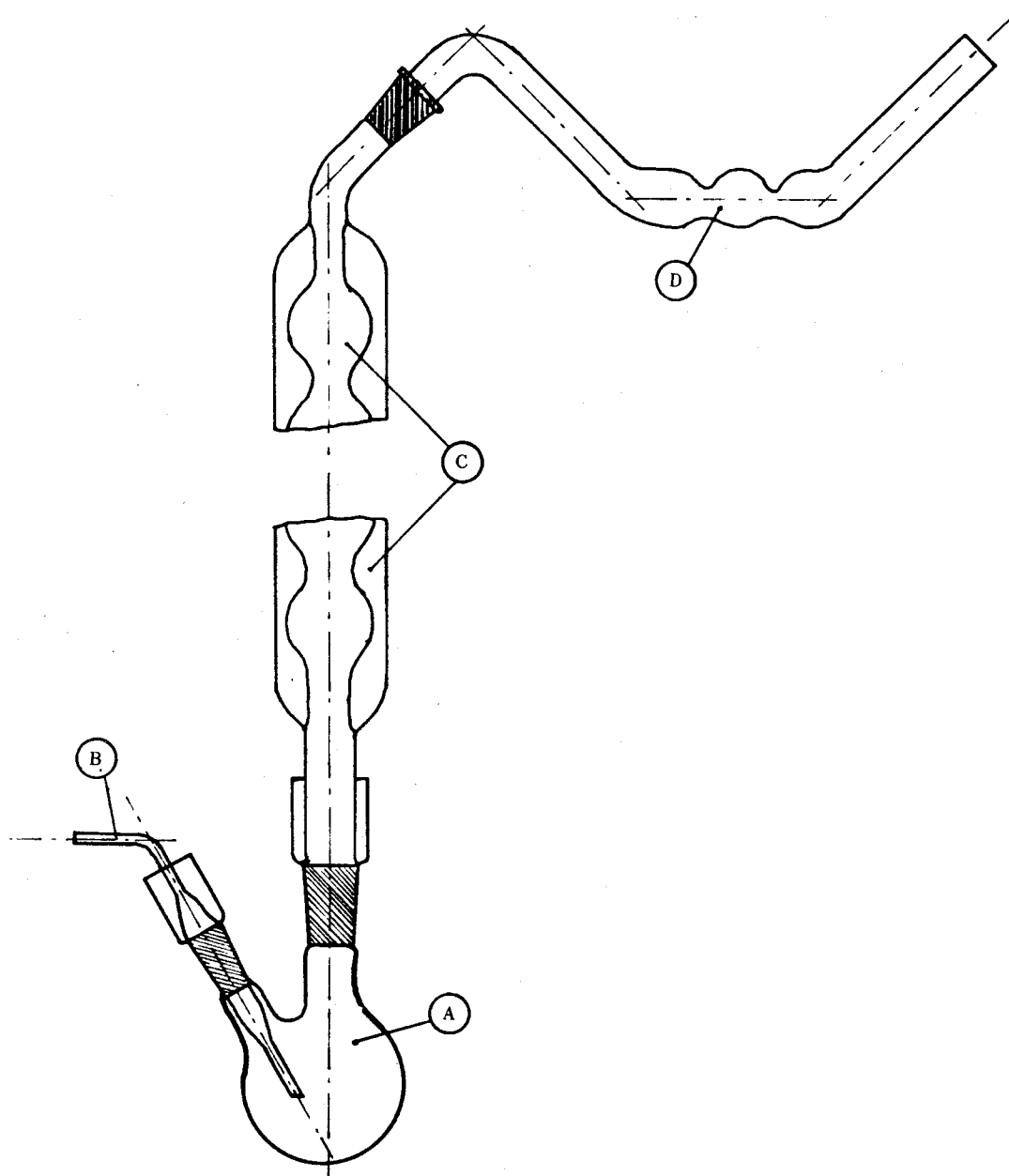


图2 安装好的装置

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

6 测定步骤

6.1 试样的称取

将试样称在称样棒一端的锥形面中，精确至 $0.000\ 2\ \text{g}^{1)}$ 。

含氧乙烯基量低于 $33\% (m/m)$ 的试样，称取 $60\sim 300\ \text{mg}$ ；

含氧乙烯基量高于 $33\% (m/m)$ 的试样，称取试样含 $20\sim 100\ \text{mg}$ 氧乙烯基的量。

6.2 测定

采用说明：

1) ISO 2270—1989 为 $0.000\ 1\ \text{g}$ 。

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瓶底部。

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¹⁾。

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、进气管等整套装置移入油浴,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 7~10 mL 碘化钾溶液至球形吸收器中。油浴温度控制在 $165 \pm 1^\circ\text{C}$,同时将气体流量减至 0.1~0.5 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,不中断气流下,冷却至 80°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位置,放入 7~10 mL 碘化钾溶液。如前所述,转入冷凝器及烧瓶中,冲洗冷凝器管壁。移去球形吸收器,吸去液封中磷酸。用几毫升碘化钾溶液冲洗冷凝器接口和进气管接口,洗液均收集在烧瓶内。

将烧瓶内液体转移到 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,当碘的颜色快消失时,加入淀粉溶液,继续滴定至蓝色消失为终点。

空白试验与测试平行进行。

7 分析结果的表述

7.1 计算

氧乙烯基含量的质量百分数以 X 表示,按下式计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_0)c \times 0.022 \times 100}{m} = \frac{2.2(V_1 - V_0)c}{m}$$

式中: V_1 ——试样消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

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。

7.2 重复性

同一分析者,使用同一仪器,对相同试样平行测定两次,取其算术平均值为测定结果。对于含氧乙烯基量大于 10% (m/m) 的试样,结果之差值应不大于平均值的 1.5%。

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% (m/m) 的试样,应不大于平均值的 3%。

采用说明:

1) ISO 2270—1989 中无此操作。

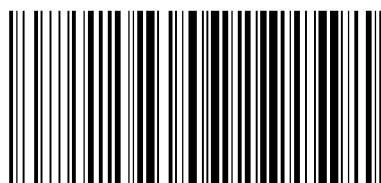
附加说明：

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、叶枫。



GB/T 7385-1994

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-11597

定价: 8.00 元

*

标目 267—26