

前 言

本标准等同采用 ISO 2268:1972《非离子表面活性剂 聚乙二醇含量和非离子活性物(加成物)含量的测定 Weibull 法》。

本标准代替 GB/T 5560—1985《表面活性剂 纺织助剂 聚乙二醇型非离子表面活性剂 活性物及聚乙二醇含量的测定法》。

本标准与 GB/T 5560—1985 的主要差异为：

- 规范了标准的中英文标题；
- 按 GB/T 1.1—2000 规定规范了编写格式；
- 增加试验报告内容。

为了便于使用,本标准做了下列编辑性修改：

- 英文标题做了修改；
- “本国际标准”一词改为“本标准”；
- 删除了国际标准的前言；
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；
- 将国际标准中的范围及应用领域两节合并；
- 将计算公式分别归属测定过程一节中。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准自实施之日起同时代替 GB/T 5560—1985。

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：上海市染料研究所。

本标准起草人：庄永斌、季菊芬。

本标准于 1985 年首次发布。

非离子表面活性剂 聚乙二醇含量和 非离子活性物(加成物)含量的测定 Weilbull 法

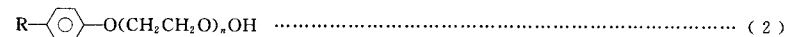
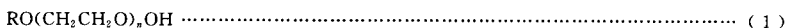
1 范围

本标准规定了测定脂肪醇及烷基酚的乙氧基化衍生物中的聚乙二醇含量和非离子活性物(加成物)含量的方法。

Weilbull 法既可测定非离子活性物(加成物),又可测定聚乙二醇含量。

本标准适用于含 2~80 个氧乙烯基的加成数的非离子表面活性剂。

烷基的聚乙氧基化物相应的分子式(1)和分子式(2)如下:



其中:

n ——是分子中聚氧乙烯链的上氧乙烯基的平均数;

R——分子式(1)中 R 为直链或支链的烷基,通常为 $\text{C}_{10}\sim\text{C}_{18}$;

R——分子式(2)中 R 是支链烷基,通常为壬基或辛基。

2 原理

非离子加成物和聚乙二醇都溶于乙酸乙酯,但聚乙二醇还可溶于氯化钠溶液,非离子加成物则不溶。因而分离聚乙二醇和加成物可采用以下方法:

将试样溶解于乙酸乙酯中,在 $35^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$ 用氯化钠溶液萃取聚乙二醇,用乙酸乙酯洗涤氯化钠溶液,用氯化钠溶液洗涤乙酸乙酯。用氯仿萃取以氯化钠溶液分离出的聚乙二醇,去除溶剂,残余物称量。蒸发含有加成物的乙酸乙酯溶液,残余物称量。

3 试剂

试验用水应为蒸馏水或至少纯度相当的水。

- 3.1 乙酸乙酯: $\rho_{20}=0.9\text{ g/mL}$,在 $75.5^\circ\text{C}\sim 77.5^\circ\text{C}$ 下蒸馏。
- 3.2 氯化钠溶液:300 g 氯化钠溶解于 1 000 mL 蒸馏水。
- 3.3 氯仿: $\rho_{20}=1.48\text{ g/mL}$,在 $59.5^\circ\text{C}\sim 61.2^\circ\text{C}$ 下蒸馏。
- 3.4 丙酮,无水 $\rho_{20}=0.79\text{ g/mL}$,在 $55^\circ\text{C}\sim 57^\circ\text{C}$ 下蒸馏。
- 3.5 石油醚,在 $40^\circ\text{C}\sim 60^\circ\text{C}$ 下蒸馏。

4 仪器和设备

除常规实验室仪器外

- 4.1 分液漏斗,容量 250 mL,带有磨砂玻璃塞,用于附录 A 方法 1。
- 4.2 分液漏斗,容量 250 mL,带有磨砂玻璃塞及套管,用于附录 A 方法 2。
- 4.3 分液漏斗,容量 500 mL,带有磨砂玻璃塞。
- 4.4 锥形瓶,容量 500 mL 阔颈、平底。

4.5 烧瓶,容量 250 mL 阔颈,带有磨砂玻璃塞。

5 测定

5.1 试样制备

5.1.1 液体产品

若试样是透明液体,加以搅拌以确保试样均匀。

若试样是浑浊或含有固体沉淀物,开启塞子或盖子,慢慢地加热,最高不超过 45℃,至液体变清,并搅拌以确保试样均匀。

5.1.2 固体产品

将试样置于烘箱内,加热至样品溶化最高不超过 45℃,从烘箱内取出,搅拌冷却至凝固,自然冷却至室温。

5.2 称量

称取制备后的试样 $5\text{ g}\pm 0.05\text{ g}$,称准至 0.01 g。

5.3 测定

5.3.1 聚乙二醇和加成物分离

整个分离过程中所有操作均应在 $35^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 进行,试样及器皿应预热至此温度。

将试样溶解于 25 mL 乙酸乙酯(3.1)中,并定量地移至 250 mL 分液漏斗(4.1A),用 50 mL 乙酸乙酯清洗烧杯,将洗液全部移入分液漏斗(4.1A)中,然后加入 50 mL 氯化钠溶液(3.2)再充分摇动,使其混合,静止 30 min,直至两相分离清晰为止,再将下层的氯化钠溶液移至另一个 250 mL 分液漏斗(4.1B)中。

将 50 mL 氯化钠溶液(3.2)加入含有乙酸乙酯溶液(3.1)的分液漏斗(4.1A),重复上述操作进行萃取,收集氯化钠溶液于分液漏斗(4.1B)中。再加入 50 mL 氯化钠溶液(3.2)重复第三次萃取操作。

加 25 mL 乙酸乙酯(3.1)至含三份氯化钠溶液分液漏斗(4.1B)中,充分摇动,静置 30 min 然后将下层的氯化钠溶液移入分液漏斗(4.1C)中,并加入 25 mL 乙酸乙酯(3.1)充分摇动,静置 30 min。将下层的氯化钠溶液移入分液漏斗(4.3)中,将分液漏斗(4.1C)中的乙酸乙酯(3.1)移入分液漏斗(4.1B)中。

加入 25 mL 氯化钠(3.2)溶液于分液漏斗(4.1B)中,充分摇动,静置 30 min,将下层的氯化钠溶液移入至分液漏斗(4.1C),用此液冲洗分液漏斗(4.1C),转移冲洗液至分液漏斗(4.3)中。

分液漏斗(4.3)中含有聚乙二醇的氯化钠溶液,而加成物存在于乙酸乙酯溶液的分液漏斗(4.1A)和分液漏斗(4.1B)中。

5.3.2 加成物测定

将分液漏斗(4.1A)中的乙酸乙酯溶液移入烧瓶(4.5)蒸去溶剂,用分液漏斗(4.1B)中的乙酸乙酯溶液冲洗分液漏斗(4.1A),转移此冲洗液至烧瓶(4.5)中。另用 25 mL 乙酸乙酯(3.1)冲洗分液漏斗(4.1B),再用此冲洗液冲洗分液漏斗(4.1A),仍将此冲洗液移入烧瓶(4.5)中。用 25 mL 乙酸乙酯(3.1)重复上述冲洗操作。然后将烧瓶(4.5)中的乙酸乙酯完全蒸发掉。

用 25 mL 乙酸乙酯(3.1)溶解烧瓶中的蒸发残余物,加热至 45℃,用滤纸过滤,每次用 10 mL 温热的乙酸乙酯(3.1)滤液移入已称量的烧瓶(4.5)中,冲洗烧瓶及滤纸 6 次,滤液和洗液移入已称重的烧瓶(4.5)中,在水浴上蒸发溶剂。

加 10 mL 丙酮(3.4)溶解残余物,再蒸除丙酮,干燥残余物。将干空气流通过烧瓶(4.5)尽可能除去溶剂,再重复上述操作。然后加 10 mL 石油醚(3.5),再蒸除,干燥残余物,用冷的干空气流通过烧瓶(4.5),以去除痕量的溶剂蒸气。用塞子塞住烧瓶,并置于干燥器中冷却,打开塞子且迅速塞住塞子,称量。将烧瓶(4.5)置于 100℃ 烘箱内加热 10 min,用冷干空气流吹,塞住塞子再冷却称量。重复上述加热和冷却称量操作,直至两次连续称量之差不超过加成物质量的 0.1% 为止。

加成物质量分数 w_1 (%) 按式(1)计算:

$$w_1(\%) = \frac{m_1 \times 100}{m_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——加成物的质量,单位为克(g)。

5.3.3 聚乙二醇的测定

在含有氯化钠溶液的分液漏斗(4.3)中加入 100 mL 氯仿(3.3)中,充分摇动,至少静置 15 min。待分相清晰后,将下层氯仿溶液移入锥形瓶(4.4)。重复上述操作两次。

蒸去氯仿,将残余物溶于 50 mL 氯仿(3.3)中,过滤,将滤液移入已称量过的烧瓶(4.5),冲洗烧瓶和滤纸共 6 次,每次用 10 mL 热氯仿(3.3),每次滤液均移入称量过的烧瓶(4.5),在水浴上蒸去溶剂。

加 15 mL 丙酮(3.4)溶解残余物,充分摇动,蒸去丙酮,用冷干空气流吹,以尽量除去溶剂。重复以上操作。然后加入 10 mL 石油醚(3.5)充分摇动,蒸去石油醚,用冷干空气流吹,尽量除去溶剂。

将上述烧瓶放入干燥器内冷却,称量,然后将烧瓶(4.5)置于 100℃ 烘箱内加热 10 min,用冷干空气流吹,以除去溶剂,再放入干燥器中冷却称量。重复以上操作直至两次连续称量之差不超过 0.1 g 为止。

聚乙二醇质量分数 w_2 (%) 按式(2)计算:

$$w_2(\%) = \frac{m_2 \times 100}{m_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_0 ——试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——聚乙二醇的质量,单位为克(g)。

6 试验报告

试验报告应包括下列内容

- a) 完全鉴别样品所需的所有资料;
- b) 所用的参考方法;
- c) 所得结果;
- d) 试验条件;
- e) 本标准未规定的或任选的任何操作细节,以及会影响结果的所有情况。

附录 A
(规范性附录)

分离时温度的保持方法

分离时温度的保持可采用下列两种方法。

A.1 方法 1

分离可在一间小房间内或一个大的橱内进行,此室采用恒温器保持在 $(35 \pm 1)^\circ\text{C}$,试样以及仪器应该一直放在里面。溶解样品以及所有的分离应该在这个温度下进行。使用的分液漏斗在任何情况下不应从室内取出,直至所有用乙酸乙酯进行的分离全部做完为止(用氯仿从氯化钠溶液萃取聚乙二醇可以在室温下进行)。

A.2 方法 2

分离可在带磨砂玻璃塞和夹套的分液漏斗(4.2)中进行。夹套像回流冷凝管一样带有入口和出口。由恒温水不断地循环,以确保试样处于测定温度范围内。这种漏斗的尺寸和形状见图 A.1。

单位为毫米

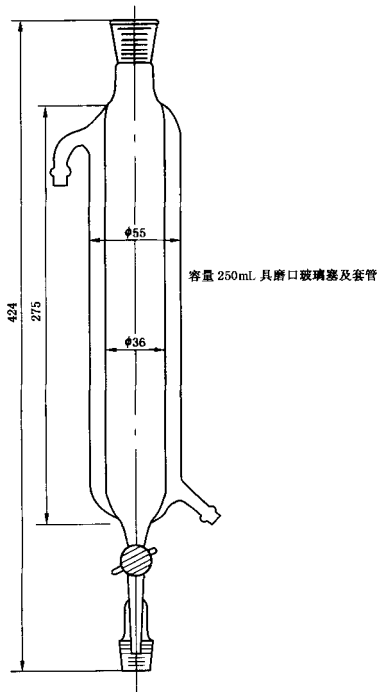


图 A.1 夹套式分液漏斗

附录 B
(规范性附录)
分离流程总示意图

分离流程总示意图见图 B.1。

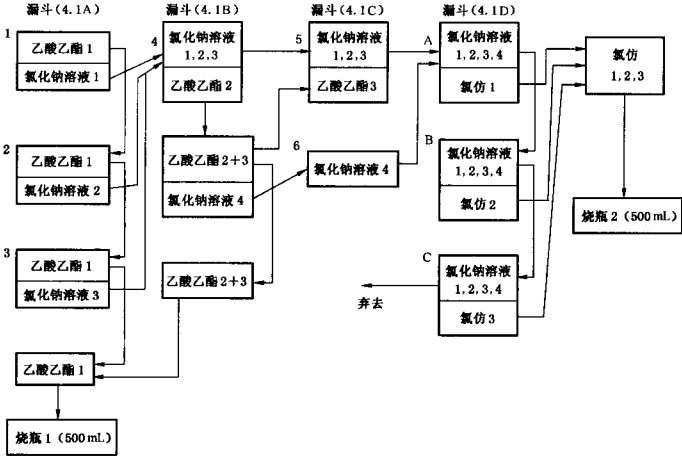


图 B.1 分离流程总示意图