

GB/T 9290—2008

式中:

m ——试样的质量,单位为克(g);

V_4 ——空白试验所耗用的氢氧化钠溶液,单位为毫升(mL);

V_5 ——试样所耗用的氢氧化钠溶液,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

10 试验报告

试验报告应包括如下几个内容:

- a) 样品名称及状态描述;
- b) 所有项目的试验结果;
- c) 说明可能影响结果的情况;
- d) 试验日期。

GB/T 9290—2008

ICS 71.100.40
G 72



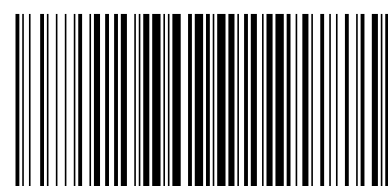
中华人民共和国国家标准

GB/T 9290—2008
代替 GB/T 9290—1988

表面活性剂 工业乙氧基化脂肪胺 分析方法

Surface active agents—Technical ethoxylated fatty amines
—Method of analysis

(ISO 6384:1981,NEQ)



GB/T 9290-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31862

定价: 14.00 元

2008-04-01 发布

2008-10-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
表面活性剂 工业乙氧基化脂肪胺
分析方法

GB/T 9290—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字

2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号:155066·1-31862 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

8.3.3 旋转式真空蒸发器:具有与磨口的250 mL的平底或圆底烧瓶相匹配的接口。

8.3.4 磁力搅拌器。

8.3.5 2号漏斗式玻璃砂芯滤器:容量500 mL,孔径40 μL~50 μL。

8.4 树脂的活化

8.4.1 碱处理

强酸性阳离子交换树脂置于4%氢氧化钠和10%氯化钠混合液中,浸渍4 h~8 h,水洗至中性。

8.4.2 酸处理

将经8.4.1处理的强酸性阳离子交换树脂置于100 g/L盐酸中,处理4 h~8 h,水洗至与水的pH值相同为止,备用。

8.5 分析步骤

8.5.1 称样

称取相当于5 mmol的乙氧基化脂肪胺试样于250 mL烧杯中,称准至0.001 g。

8.5.2 装填色谱柱

将经过8.4.1和8.4.2处理的树脂装填于色谱柱内,装填高度30 cm~35 cm,并使之保持湿润。

8.5.3 烧杯处理

试样用40 mL水或甲醇溶解,加入约100 mL经过8.4.1和8.4.2处理的树脂,置于磁力搅拌器上,室温条件下,搅拌30 min。对于弱乙氧基化脂肪胺,可不需经过8.5.4处理,直接用水洗提后,进行常规蒸馏,真空蒸发,温度控制在约30℃,干燥,称重。

8.5.4 色谱柱处理

将经过8.5.3处理的试液,倒入2号漏斗式玻璃砂芯滤器,直接缓慢地滴入色谱柱内。再用1 000 mL水,分数次洗涤,控制流速2 mL/min~4 mL/min。将全部洗提液移入预先称重的烧瓶中,进行常规蒸馏,除去绝大部分水。最后在旋转式真空蒸发器上干燥,温度控制在约30℃。每隔10 min称重一次,约需三个周期。

8.5.5 树脂的再生

按8.4树脂的活化中有关规定进行树脂的再生。

8.6 分析结果的计算

游离聚乙二醇的质量分数(w_6)以%表示,由式(9)计算:

$$w_6 = \frac{m_4 \times 100}{m_3} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_3 ——试样的质量,单位为克(g);

m_4 ——在8.5.3或8.5.4测得的聚乙二醇质量,单位为克(g)。

9 聚乙二醇的检验

9.1 检验无氮

对“游离聚乙二醇含量的测定”中分离出来的聚乙二醇,采用“伯胺、仲胺、叔胺含量分布的测定”中所规定的方法检验是否含有乙氧基化脂肪胺。

9.2 聚乙二醇相对分子质量的测定

按照国家标准 GB/T 7383 中有关规定的方法进行。

9.3 分析结果的计算

聚乙二醇相对摩尔质量(g/mol)由式(10)计算:

$$M = \frac{2 \times m \times 1\,000}{(V_4 - V_5) \times c} \dots\dots\dots (10)$$

$$w_4 = \frac{c \times V_3 \times 56.1}{m_2} \dots\dots\dots (6)$$

以 KOH 计的仲胺值(w_5),以 mg/g 表示,由式(7)计算:

$$w_5 = c \left(\frac{V_1}{m_1} - \frac{V_3}{m_2} \right) \times 56.1 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V_3 ——达到等当点时所用的高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

7 氧乙烯基含量的测定

按照国家标准 GB/T 7385 规定的方法进行,并考虑以下因素。

7.1 操作

当生成焦油状物时,要用甲醇将其全部溶解,并全部移入滴定烧瓶中。

7.2 滴定

在生成焦油状物时,为了克服溶液呈深色观察终点的困难,采用电位滴定。所用的电极电位仪的分度值为 1 mV。

7.3 分析结果的计算

对于含氮产品,GB/T 7385 给出的公式不能用来计算氧乙烯基的实际含量。对仲胺而言,测定过程中的分解反应在剩有一个氧乙烯基时就停止。对叔胺而言,测定过程中的分解反应在剩有二个氧乙烯基时就停止。

氧乙烯基的含量以质量分数,以 mg/g 表示,由式(8)计算:

$$w(\text{OE}) = w(\text{OE}_0) + 4.4(2w_4 + w_5) \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$w(\text{OE}_0)$ ——按 GB/T 7385 规定测得的氧乙烯基的质量分数,以 mg/g 表示;

w_5 ——按 6.4.3 计算的仲胺值,mg/g;

w_4 ——按 6.4.3 计算的叔胺值,mg/g;

注:对于弱乙氧基化脂肪胺和游离脂肪仲胺混合物,计算出的氧乙烯基含量可能超过实际含量。在这种情况下,要验证脂肪仲胺的存在。

8 游离聚乙二醇含量的测定

8.1 原理

乙氧基化脂肪胺溶液经强酸性阳离子交换树脂处理,乙氧基化脂肪胺被化学吸附,洗提出中性产物聚乙二醇。

8.2 试剂或材料

8.2.1 三级水。

8.2.2 氯化钠:化学纯。

8.2.3 氢氧化钠:化学纯。

8.2.4 盐酸:分析纯。

8.2.5 甲醇:分析纯。

8.2.6 强酸性(磺酸基团)阳离子交换树脂:交联度 1.1%,颗粒细度 0.3 mm~1.2 mm。

8.3 仪器或设备

8.3.1 色谱柱:高 50 cm,内径约 2 cm。

8.3.2 蒸馏装置:配有磨口的 250 mL 的平底或圆底烧瓶。

前 言

本标准代替国家标准 GB/T 9290—1988《表面活性剂 工业乙氧基化脂肪胺 分析方法》。

本标准与 ISO 6384:1981《表面活性剂 工业乙氧基化脂肪胺 分析方法》的一致性程度为非等效。

本标准与 ISO 6384:1981 的主要差异为:

——国际标准“硫酸盐灰分的测定”章节只写了一个国际标准号。本标准根据我国实际,写明原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤以及结果的计算。

——把国际标准“水-甲醇介质中 pH 的测定”章节中的‘注’里的内容改为正文。

——把国际标准中“总碱度、伯胺碱度、仲胺碱度、叔胺碱度”的称谓改为“总胺值、伯胺值、仲胺值、叔胺值”。

本标准与 GB/T 9290—1988 相比较主要差异如下:

——增加了试验报告一章。

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:上海染料研究所有限公司、浙江皇马化工集团。

本标准起草人:徐苏梅、顾乃祁、王伟松、孟照平。

本标准于 1988 年首次发布。