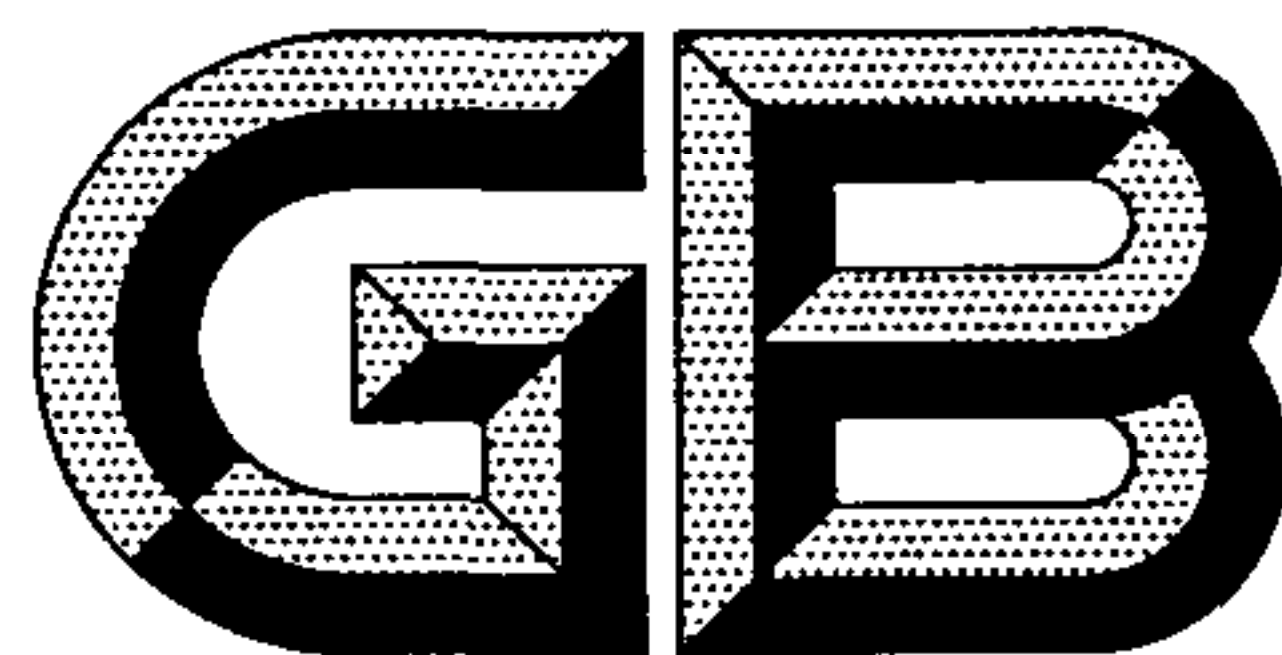




中华人民共和国国家标准

GB/T 7383—2007
代替 GB/T 7384—1996, GB/T 7383—1997

非离子表面活性剂 羟值的测定

Non-ionic surface active agents—Determination of hydroxyl value

(ISO 4326:1980 Non-ionic surface active agents—

Polyethoxylated derivatives—Determination of hydroxyl value—
Acetic anhydride method, MOD)

2007-08-13 发布

2008-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 4326:1980《非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法》。

本标准代替 GB/T 7384—1996《非离子表面活性剂—聚7-羟基化衍生物—羟值的测定—乙醇法》。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

起草，为了方便比较，在附录 D 中列出本国家标准编号与国际标准编号的对照表。有关技术

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

本标准与 GB/T 7384—1996 相比，主要差异如下：

——增加了非离子表面活性剂—聚乙氧基化衍生物—羟值的测定—乙醇法。

非离子表面活性剂 羟值的测定

1 范围

本标准规定了非离子表面活性剂羟值的测定。

本标准适用于脂肪族和脂环族的聚烷氧基化合物的羟值(特别是伯脂肪醇、烷基酚和脂肪酸的环氧乙烷、环氧丙烷及其混合物的加成物的羟值)的测定,适用于羟值在 10~1 000 的测定。

邻苯二甲酸酐法特别适用于伯仲脂肪醇、烷基酚和脂肪酸的环氧乙烷、环氧丙烷及其混合加成物的羟值的测定。

化产品的羟值的测定。

可能产生干扰的物质如下:

——伯和仲胺、酰胺、叔醇、硫醇和环氧化物产生副反应而影响方法的准确度。

长链脂肪醇胺和胺类在邻苯二甲酸酐法测定羟值时,因其在测定过程中不能完全被分解。

——其他的游离酸因与氢氧化钠标准溶液反应而有干扰;碱包括某些叔胺因与生成的邻苯二甲酸、乙酸反应而产生干扰,在这种情况下,需对酸度或碱度作校正(按 GB/T 6365)。

环氧化物的存在对测定有干扰,若能用低温真空蒸馏法予以除去,并且不改变羟值,本方法仍适用。上述的处理可以消除浓度(质量分数)高于 0.5%产生干扰的游离环氧乙烷。

试样中存在的水分会与邻苯二甲酸酐、乙酐反应,但若遵循测定步骤中所述的措施去预防,本方法仍可使用。

2 规范性引用文件

是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 2384 染料中间体熔点范围测定通用方法

GB/T 2312 液体化学产品颜色测定法(比色法)

GB/T 10500 表面活性剂 耐碱度或耐酸度的测定 滴定法(GB/T 10500—2000,ISO 4514:1977,IDT)

GB/T 6372 表面活性剂和洗涤剂 样品分样法(GB/T 6372—2006,ISO 607:1980,IDT)

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 11275 表面活性剂 含水量的测定(GB/T 11275—2007,ISO 4317:1991,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

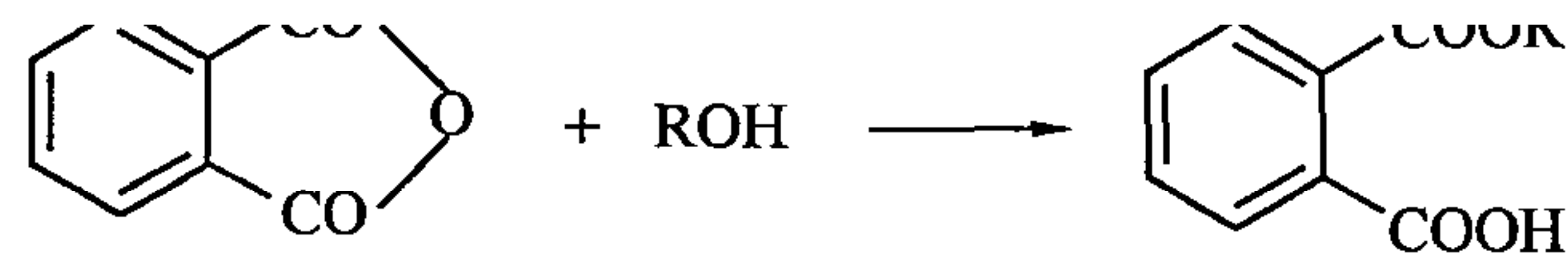
羟值 I(OH) hydroxyl value(OH)

于 1 g 试样中羟基的氢氧化钾的毫克数。

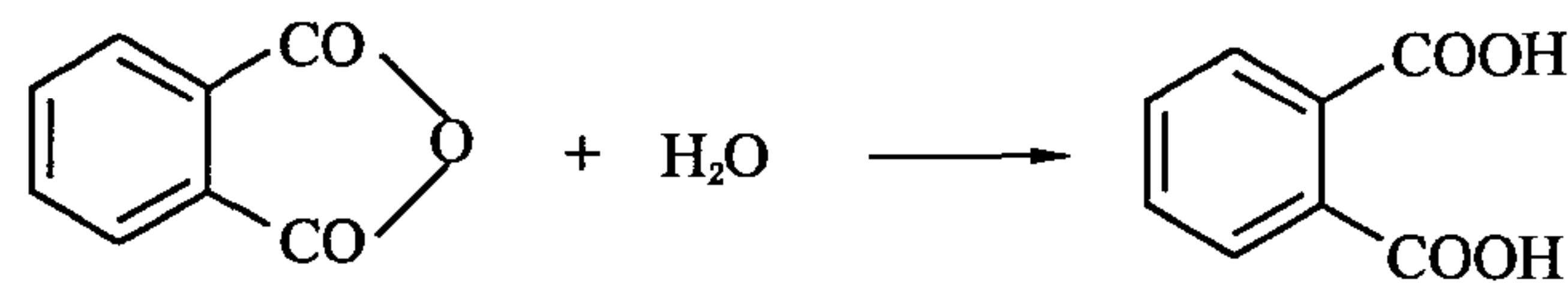
4 原理

4.1 邻苯二甲酸酐法

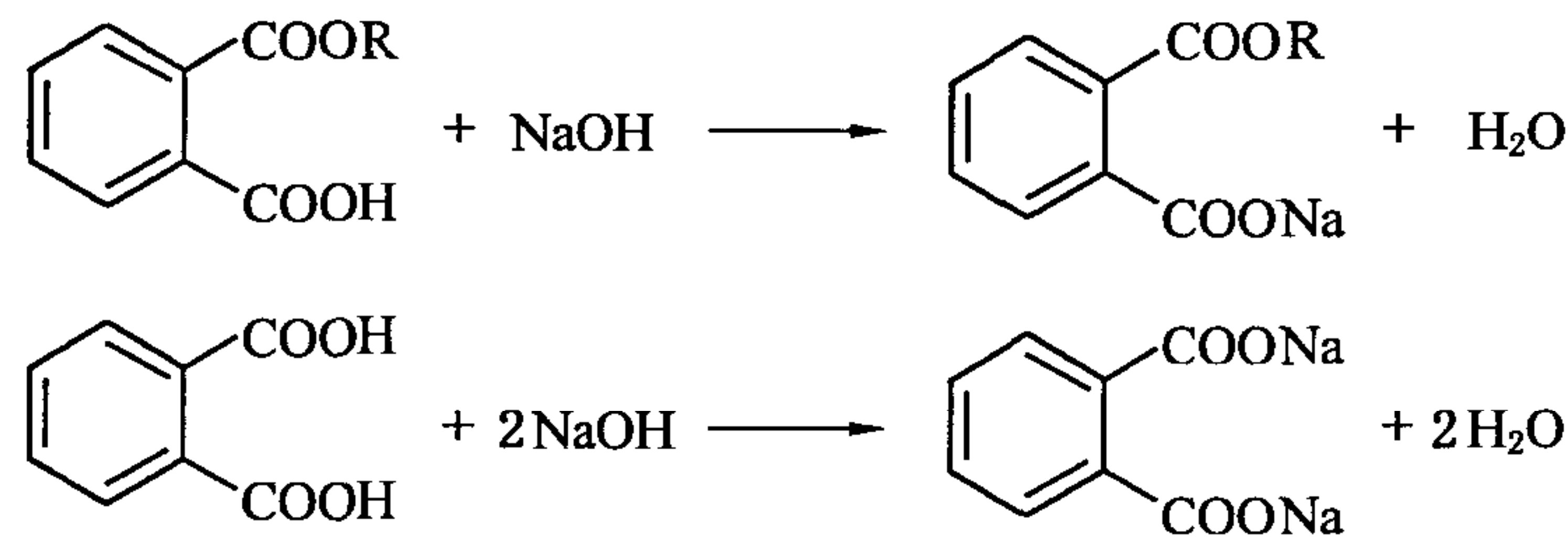
在吡啶溶液中,以邻苯二甲酸酐来酯化羟基。



以氢氧化钠标准溶液滴定溶液中所含的水,未水解过量的邻苯二甲酸酐。



以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和酯化反应所生成的酸和水解所产生的邻苯二甲酸。



由滴定试样溶液和空白溶液所耗用的氢氧化钠标准滴定溶液之差来计算羟值。

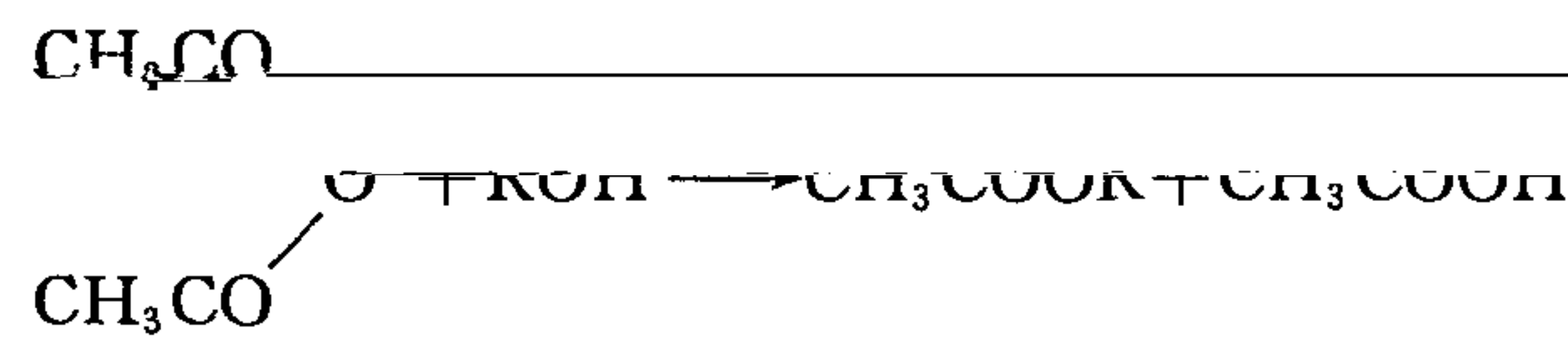
4.2 乙酰法

在吡啶溶液中以乙酰来酯化羟基。用水水解过量乙酰。

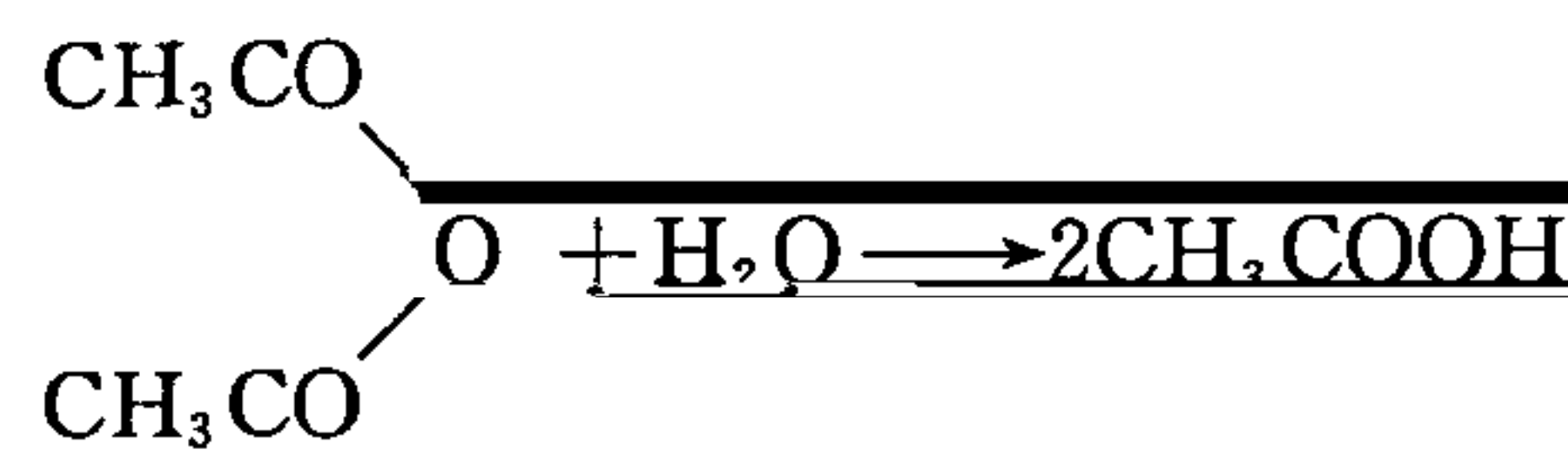
用氢氧化钠标准溶液滴定溶液中所含的水,未水解过量的乙酰。

根据空白空白和试样所耗用的氢氧化钠标准溶液之差来计算羟值。反应如下:

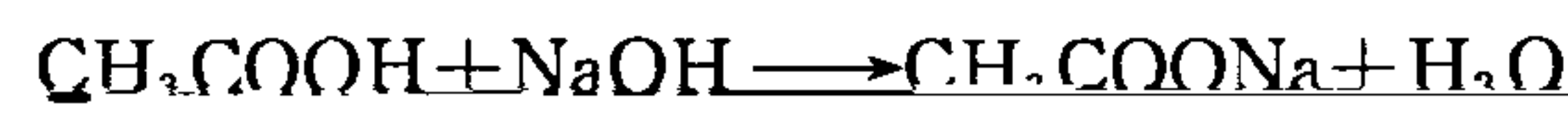
4.2.1 酯化



4.2.2 水解过量乙酰



4.2.3 中和生成的乙酸



5 试剂和材料

- 5.1 吡啶:沸点在 114℃~116℃;
- 5.2 邻苯二甲酸酐;
- 5.3 乙酰;
- 5.4 乙酰吡啶溶液(酰化试剂);
- 5.4.1 配制

小心地混合 1 体积的乙醇和 10 体积的吡啶,避免过热,存放于具有磨口塞的棕色玻璃瓶中。以铂-钴色度计测定,其色度不得超过 200 Hazen 单位,否则不能使用。

5.5 邻苯二甲酸酐吡啶溶液(酰化试剂);

5.5.1 配制

将 1.48 g 邻苯二甲酸酐(按 GB/T 2004 方法测定其纯度不低于 99.5%),置于 2 L 棕色玻璃瓶中。加入 1 L 吡啶,用力摇动直至完全溶解为止。若用 GB/T 3143 规定方法测定其色度超过 200 Hazen 单位,则此溶液不能使用。

5.5.2 浓度的验证

用移液管将 25.0 mL 酰化试剂移入 250 mL 锥形瓶中,在酚酞指示剂存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色,0.01 mol/L 的氢氧化钠标准滴定溶液

5.7 酚酞指示剂:1 g 酚酞溶于 100 mL 吡啶中。

6 仪器和设备

- 6.1 碱式滴定管:50 mL;
- 6.2 磨口平底烧瓶:250 mL 具有锥形磨口玻璃接头;
- 6.3 冷凝管:有效长度 800 mm 的空气冷凝管或有效长度 400 mm,带有锥形磨口玻璃接头,能与烧瓶配合,并带有能收集冷凝管外部冷却水珠的收集器;
- 6.4 单刻度移液管:15 mL,25 mL。

7 测定

试验的测定 需在通风橱外测定,测定的位置和方法参见附录 C

7.1.1 称量

将试样按以下计算量称入预先称量的干燥烧瓶中(精确至 0.001 g)

$$m_0 = \frac{365}{I(\text{OH})} \dots\dots\dots(1)$$

式中:
 m_0 ——试样的质量数值,单位为克(g);

量为 36.5 g。
对于含水量(质量分数)大于 1% 小于 10% 试样的质量,按式(2)或式(3)计算

式中:
 m_0 ——试样的质量数值,单位为克(g);
 $w(\text{H}_2\text{O})$ ——试样中水的质量分数,以(%)表示;

$I(\text{OH})$ ——估计羟值,每克试样所耗用的氢氧化钾毫克数(mg/g)。

7.1.2 酰化

7.1.3 水解和滴定

用吡啶淋洗冷凝管,取下烧瓶,用水冲洗磨口玻璃接头。在烧瓶中放入搅拌磁子,将烧瓶置于电磁搅拌器上,开动搅拌器。用滴定管准确地加入 50.0 mL 氢氧化钠标准滴定溶液,加入 4 滴~5 滴的酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液,滴定至溶液呈粉红色,并维持 15 s 不褪色即为终点。

7.1.4 空白试验

在测定的同时进行两个空白试验。
空白实验和试样所耗用氢氧化钠标准滴定溶液体积之差应在 10 mL~15 mL 之间。

于 10 mL,说明试样质量太少(羟值比估计值要小),须增加试样量。

7.1.5 结果的表述

7.1.5.1 计算

试样的羟值 $I(\text{OH})$ (mg/g) 按式(4)计算:

$$I(\text{OH}) = \frac{(V_0 - V_1) \cdot c \times 56.10}{m_0} \quad (4)$$

式中:

- V_1 ——试样耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积单位为毫升(mL);
- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m_0 ——试样的质量,单位为克(g);
- 56.10——氢氧化钾的相对分子质量;
- X ——试样的酸碱值,按 GB/T 6365 规定的方法测定。若此值小于或等于 0.3,应忽略不计。取两次测定结果的算术平均值为测定结果。

7.1.5.1.1 精确度

7.1.5.1.1.1 重复性

本方法的相对误差应小于 1.5% 测定结果按 GB/T 8170 处理

7.1.5.1.1.2 再现性

表 1 中数值是在 21 个实验室里取得,每个实验室里由一个分析人员至少给出两个结果。

表 1

试样	A	B
平均值 $I(\text{OH})$	51.9	172.3

表 2 试样称量规定

羟值 $I(\text{OH})/(\text{mg/g})$	试样 m/g
40	8~10
40~200	$\frac{380}{I(\text{OH})} \pm 0.5$
200 以上	$\frac{380 \pm 100}{I(\text{OH})}$
注：水分质量分数在 0.25%~1%，试样的质量 m 不应超过： $\frac{9.3(V_0 + 25)}{I(\text{OH}) + 32w(\text{H}_2\text{O})}$ 式中：	
$I(\text{OH})$ ——估计的羟值，以氢氧化钾毫克每克表示(mg/g)； $w(\text{H}_2\text{O})$ ——试样中水分质量分数，以(%)表示。	

7.2.2 酰化

用移液管准确移取 15 mL 酰化试剂于平底烧瓶中，用吡啶润湿冷凝器接头，并将冷凝器与平底烧瓶接上，摇匀瓶中的物料。烧瓶内的物料应低于水浴面，在沸水浴中加热 10 min 后，摇动烧瓶继续加热 50 min。

将 2 mL 水经冷凝器加入平底烧瓶中，摇匀，在沸水浴中加热烧瓶 5 min，将烧瓶及其物料冷却至 30℃ 以下。经冷凝器再加入 70 mL 水，移去冷凝管，用水冲洗磨口玻璃接头。

用移液管加入 25 mL 氢氧化钠标准滴定溶液，加入 4 滴~5 滴酚酞指示剂，在剧烈搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，并维持 15 s 不褪色即为终点。

7.2.4 空白试验

在测定同时，用相同试剂加 2~3 滴水代替试样进行空白试验。

7.2.5 结果的表述

7.2.5.1 计算

试样的羟值 $I(\text{OH})$ 以 mg/g 表示，按式(5)计算：

$$I(\text{OH}) = \frac{(V_0 - V_1) \cdot c \times 56.10}{m} + X \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

V_0 ——空白试验时，耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——试样耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

56.10——氢氧化钾的相对分子质量；

X ——试样的酸碱值，按 GB/T 6265 规定的方法测定，若其值大于等于 0.2，应忽略不计，取零。

次测定结果的算术平均值为测定结果。

7.2.5.2 精密度

7.2.5.2.1 重复性

由同一分析者用同一仪器，对相同试样同时或相继测定两次，所得结果之差不应大于平均值的 1.1%。

7.2.5.2.2 再现性

在两个不同实验室中对相同试样的测得结果之差不应大于平均值的 2.8%。

8 试验报告

试验报告应包括以下各项：

- a) 鉴别试样所需的全部资料；
- b) 采用的方法（包括本标准中引用的标准）；
- c) 结果和采用的表示方法；
- d) 试验条件；
- e) 本标准中规定的任何操作细节，以及可能会对结果造成的影响。

附 录 A
(规范性附录)
邻苯二甲酸酐纯度的测定

将邻苯二甲酸酐 1.5 g(精确至 0.001 g)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 吡啶(体积分数为 50%)和水的混合物(该混合物预先用 0.1 mol/L 氢氧化钠或盐酸溶液在酚酞溶液存在下中和),再用氢

邻苯二甲酸酐纯度以质量分数(w_0)表示,按式(A.1)计算

$$w_0 = \frac{V_2 \cdot c \times 0.074}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_2 ——所耗用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——邻苯二甲酸酐样品的质量,单位为克(g);

0.074 ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的邻苯二甲酸酐的质量。

附 录 B
(规范性附录)
不同含水量和羟值的试样的取样范围

估计 I(OH)/ (mg/g)	含水量(质量分数)/%															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	25	30	35	40
10	18															
	21															
20	11.5															
	14	10.3														
30	8.0	7.0														
	10.5	8.3	6.9													
40	6.6	5.7	5.1													
	8.4	7.0	6.0	5.25												
50	5.5	4.9	4.4	4.0												
	7.0	6.0	5.3	4.7	4.2											
60	4.6	4.2	3.9	3.6	3.3											
	6.0	5.3	4.7	4.2	3.9											
	2.9	2.8	2.6	2.5	2.4											
200	1.5	1.5	1.4	1.4	1.4	1.3										
	2.0	1.9	1.9	1.9	1.7	1.7	1.6									
300	1.0	1.0	1.0	0.98	0.96	0.95	0.94									
	1.4	1.3	1.3	1.3	1.2	1.2	1.2	1.2								
400	0.77	0.76	0.75	0.75	0.74	0.74	0.73	0.73								
	1.0	1.0	1.0	0.98	0.97	0.96	0.94	0.93	0.92							
500	0.61	0.61	0.61	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60							
	0.83	0.82	0.81	0.80	0.80	0.79	0.78	0.77	0.76	0.76						
600	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.51	0.50	0.50						
	0.69	0.69	0.68	0.68	0.68	0.67	0.67	0.66	0.66	0.65	0.63					
700	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44	0.44					
	0.59	0.59	0.59	0.59	0.59	0.58	0.58	0.58	0.57	0.57	0.56	0.55				
800	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39	0.39				
	0.52	0.52	0.52	0.52	0.52	0.52	0.51	0.51	0.51	0.51	0.50	0.49	0.49			
1 000	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.32	0.32	0.32	0.32	0.32	0.33	0.33			
	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.42	0.41	0.41	0.41
1 100	0.28	0.28	0.28	0.28	0.28	0.29	0.29	0.30	0.29	0.29	0.29	0.30	0.30	0.31	0.32	0.32
	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.38	0.39	0.39	0.39	0.39

举例,若某样品,其估计羟值在 100~200 之间,式样的量取决于含水量:

- a) 若含水量是 1%,取试样 2.9 g~2.0 g;
- b) 若含水量是 4%,取试样 2.5 g~1.9 g;
- c) 若含水量是 10%,表中查不出试样的取样范围,这时必须除去部分水,使残留水最多为 5%,然后取样品量为 2.4 g~1.7 g。

附录 C

(规范性附录)

通风橱外测定羟值的仪器和方法

C.1 仪器

普通实验室仪器,以及

C.1.1 滴定管:50 mL。

C.1.3 冷凝管:带锥形磨口玻璃接头和能收集外部冷却水珠的收集器,有效长度 400 mm(见图 C.1)。

C.1.5 具有中心孔的磨口玻璃塞(见图 C.2 a)。

C.1.6 具有中心孔并带有支管的磨口玻璃塞(见图 C.2 b)。

C.1.7 特殊滴定管,25 mL(见图 C.2 c)。

C.1.8 冲洗试管,200 mL(见图 C.2 d)。

C.2 方法

C.2.1 仪器的准备

所用仪器应洁净和干燥。

C.2.2 测定

C.2.2.1 酯化

将烧瓶与冷凝管连接,即替换掉用于收集吡啶的烧瓶,然后用冷凝管顶部的玻璃塞塞住此烧瓶。

将含有试样的烧瓶加热,使之缓慢回流 1 h,并冷却至室温。

C.2.2.2 水解和滴定

在含有试样的烧瓶中放入搅拌磁子,将烧瓶置于电搅拌器上,在瓶口塞上带有中心孔和支管的玻璃塞,用橡皮管将支管与通风口相连,然后开动搅拌器。

通过玻璃塞的中心孔用滴定管准确加入 50.0 mL 氢氧化钠标准滴定溶液。再通过玻璃塞中心孔加入 4 滴~5 滴酚酞指示剂。

用氢氧化钠标准滴定溶液继续滴定至溶液呈粉红色,并维持 15 s 不褪色即为终点。

C.2.3 空白试验

按本标准 7.1.4 规定进行。

C.3 测定结果的表示

按本标准 7.1.5 规定进行。

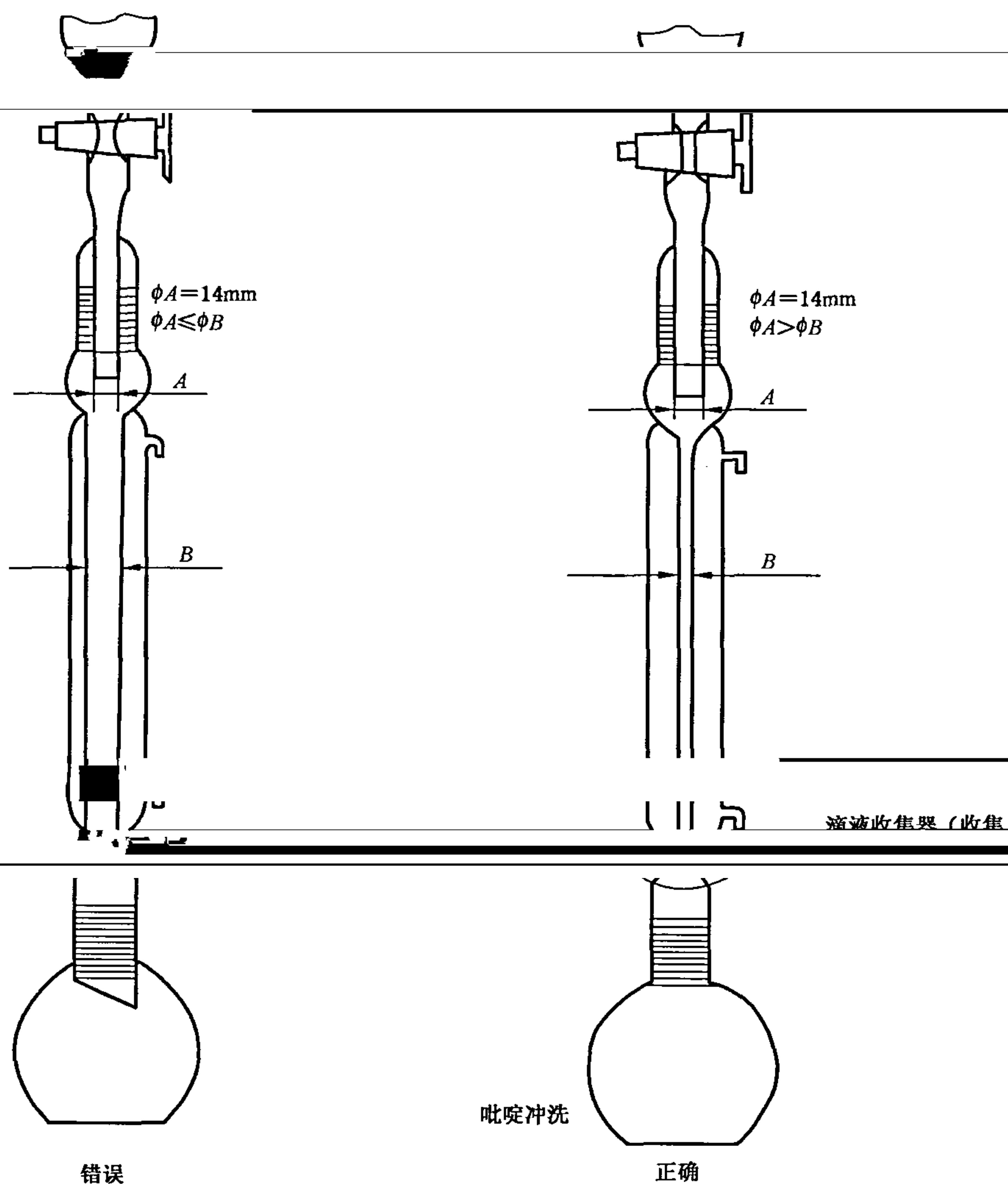


图 C.1 冷凝管实例

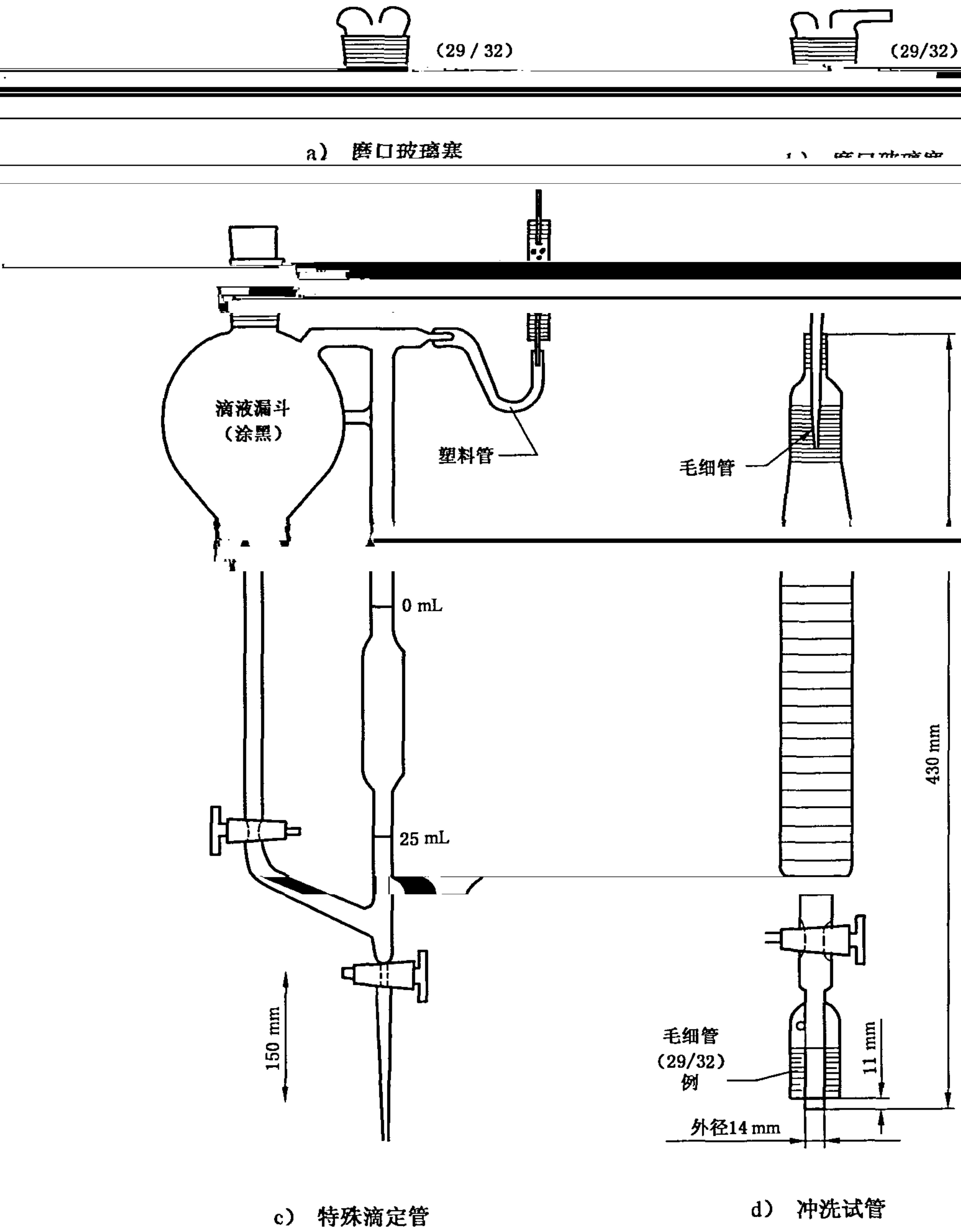


图 C.2 装置

附 录 D

本国家标准章条编号与国际标准章条编号的对照表

表 D.1 给出了本标准章条编号与国际标准 ISO 4326:1980 章条编号对照一览表。

表 D 1 本标准章条编号与国际标准 ISO 4326:1980 章条编号对照一览表

本国家标准章条编号	对应的国际标准章条编号
2	3
3	4
4	5
4.1	无(系增加部分)
4.2	5/6
5.2	无(系增加部分)
5.5	无(系增加部分)
5.6	7.3
5.7	7.4
6	8
7.2	10
7.2.2	10.2.1
7.2.3	10.2.2
7.2.4	10.3
7.2.5	11.1
7.2.5.2	11.2
8	12
附录 C	无(系增加部分)
附录 D	无(系增加部分)

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
非离子表面活性剂 羟值的测定
GB/T 7383—2007

*

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 1.25 字数 24 千字
2008 年 1 月第一版 2008 年 1 月第一次印刷

出早, 155066 - 1-20277

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

GB/T 7383-2007