



中华人民共和国国家标准

GB/T 13892—2012
代替 GB/T 13892—1992

表面活性剂 碘值的测定

Surface active agents—Determination of iodine value

(ISO 3961:2009, Animal and vegetable fats and oils—
Determination of iodine value, NEQ)

2012-12-31 发布

2013-08-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13892—1992《表面活性剂 碘值的测定》，与 GB/T 13892—1992 相比，主要变化如下：

- 增加了前言；
- 增加了“精密度”(见第 11 章)；
- 增加了“试验报告”(见第 12 章)。

本标准采用重新起草法参考 ISO 3961:2009《动植物油脂 碘值的测定》编制，与 ISO 3961:2009 的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(特种)表面活性剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 8)归口。

本标准起草单位：辽宁奥克化学股份有限公司、浙江皇马科技股份有限公司。

本标准主要起草人：刘兆滨、刘卫琴、王月芬、赵兴军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13892—1992。

表面活性剂 碘值的测定

1 范围

本标准规定了采用韦氏(Wijs)法测定表面活性剂的碘值。

本标准适用于具有不饱和度的脂肪酸类、醇类、胺类、动植物油脂类以及由它们制成的表面活性剂的碘值测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601—2002	化学试剂	标准滴定溶液的制备
GB/T 622—2006	化学试剂	盐酸
GB/T 651—1993	化学试剂	碘酸钾
GB/T 675—1993	化学试剂	碘
GB/T 682—2002	化学试剂	三氯甲烷
GB/T 688—2011	化学试剂	四氯化碳
GB/T 1272—2007	化学试剂	碘化钾
GB/T 6372—2006	表面活性剂和洗涤剂	样品分样法
GB/T 6682—2008	分析实验室用水规格和试验方法	

3 术语和定义

以下术语和定义适用于本文件。

3.1

碘值 iodine value

在本标准规定的操作条件下,每 100 g 样品所吸收的碘的质量(克),以 g/100 g 试样表示。

4 原理

试样在溶剂中溶解后,加入韦氏试剂。经一特定的反应时间,再加入碘化钾溶液和水。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘。

5 试剂和材料

5.1 总则

本标准所用试剂和水,均为分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

5.2 碘化钾溶液(KI)

符合 GB/T 1272—2007 的技术要求。150 g 碘化钾溶解于 1 L 水中,备用。碘化钾溶液中不含碘

酸盐或游离碘。

5.3 淀粉溶液

将 5 g 可溶性淀粉在 30 mL 水中混合,加入到 1 000 mL 沸水中,并煮沸 3 min,冷却、备用。淀粉溶液需要每天配制。

5.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.6 规定配制、标定。

5.5 三氯甲烷

符合 GB/T 682—2002 的技术要求。

5.6 四氯化碳

符合 GB/T 688—2011 的技术要求。

5.7 碘

符合 GB/T 675—1993 的技术要求。

5.8 碘酸钾溶液

符合 GB/T 651—1993 的技术要求。 $c(\text{KIO}_3)=0.04 \text{ mol/L}$,将碘酸钾在 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 干燥 1 h,然后称取 2.140 g 碘酸钾,精确至 0.000 2 g,并溶解于水中,稀释至 1 L。

5.9 盐酸溶液

符合 GB/T 622—2006 的技术要求。将浓盐酸用等当量水稀释(1+1 溶液)。

5.10 韦氏试剂

含一氯化碘的乙酸溶液。韦氏试剂的 I/Cl 之比应控制在 1.10 ± 0.1 的范围内。可以使用市售韦氏试剂。

韦氏试剂的制备:将 19 g 一氯化碘溶解在 1 000 mL 冰乙酸中,搅均后置于棕色小口玻璃瓶内,在 25°C 以下保存。

5.11 韦氏试剂中碘-氯比率的测定方法

5.11.1 操作方法

取 50 mL 盐酸溶液和 50 mL 四氯化碳,放入 500 mL 碘量瓶中,用干燥的移液管吸取 25 mL 韦氏试剂,加到碘量瓶中,摇匀。用碘酸钾溶液滴定紫色四氯化碳层中的游离碘,到无色为终点。

另取一 500 mL 碘量瓶,吸取 25 mL 韦氏试剂放入其中,并立即加入 150 mL 水和 15 mL 碘化钾溶液。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,用淀粉溶液作指示剂。

5.11.2 计算

碘-氯比率的按式(1)计算:

$$X(\text{I/Cl}) = \frac{V_1 c_1 + V_2 c_2}{V_1 c_1 - V_2 c_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——测定一氯化碘中碘量时所用硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——测定游离碘时所用的碘酸钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——碘酸钾溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

注: 碘-氯比率应大于 1, 否则要加一定量的纯的升华碘于韦氏试剂中, 重测碘-氯比率。

6 安全防护措施

6.1 一氯化碘

具有腐蚀性, 会灼伤皮肤和眼睛, 万一接触时, 立即用冷水冲洗, 至少 15 min。

6.2 冰乙酸

对皮肤和组织有强刺激性, 有中等毒性, 不要误食或吸入, 操作应在通风橱中进行。

7 仪器

7.1 碘量瓶

容量为 250 mL、500 mL。

7.2 移液管

容量为 10 mL、25 mL。

7.3 容量瓶

容量为 1 000 mL。

7.4 滴定管

容量为 50 mL。

8 采样

按 GB/T 6372—2006 中的规定采样、制备和储存试样。

9 测定步骤

9.1 试样的称量

根据样品的预计碘值, 称取试样的质量, 见表 1:

表 1 称取试样的质量

预计的碘值(以 I_2 计) g/100 g	试样质量/g	
	表面活性剂、脂肪酸、醇、动植物油脂	脂肪胺
$w_I < 5$	3.00	1.5
$5 \leq w_I < 20$	1.00	0.85~1.06

表 1 (续)

预计的碘值(以 I ₂ 计) g/100 g	试样质量/g	
	表面活性剂、脂肪酸、醇、动植物油脂	脂肪胺
20≤w _I <50	0.40	0.64~0.79
50≤w _I <100	0.20	0.25~0.53
100≤w _I <150	0.13	0.18~0.32
150≤w _I <200	0.10	0.13~0.20

9.2 测定

称取的试样(精确至 0.000 2 g)放入干燥的 250 mL 碘量瓶中,加入 30 mL 三氯甲烷,使试样完全溶解。用移液管精确吸取 10 mL 韦氏试剂加入瓶中,盖紧瓶塞,使瓶中溶液充分混合,并在室温下置于暗处。对于碘值低于 150 的试样,放置 1 h;对于碘值高于 150 的以及聚合物和已经氧化的物质,放置 2 h。

到达规定的反应时间后,加 15 mL 碘化钾溶液和 50 mL 水。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至碘的黄色接近消失。加 2 mL 淀粉溶液,继续滴定,并剧烈摇动,直到蓝色刚好消失。

对同一试样进行两次测定。

同时做一空白试验。

10 结果计算

10.1 碘值以 w_I 表示,按式(2)计算。

$$w_I = \frac{c(V_0 - V) \times 0.126\ 9}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V₀ —— 空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V —— 测定试样所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.126 9 —— 与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液[c(Na₂S₂O₃)=1. 000 mol/L]相当的,以克表示的碘的质量;
- m —— 试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

10.2 测定结果的取值要求

方法见表 2:

表 2 测定结果的取值要求

w _I /(g/100 g)	结果取值到
w _I <20	0.1
20≤w _I <60	0.5
w _I ≥60	1

11 精密度

11.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过表 3 中的规定的重复性限值(r)。

11.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用相同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过表 3 中的规定的再现性限值(R)。

表 3 重复性和再现性限度

$w_1/(g/100\text{ g})$	r	R
$w_1 < 20$	0.2	0.7
$20 \leq w_1 < 50$	1.3	3.0
$50 \leq w_1 < 100$	2.0	3.0
$100 \leq w_1 < 135$	3.5	5.0

12 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 完成样品鉴定所需要的所有资料;
 - 采样方法;
 - 所使用的方法;
 - 未在本标准中说明的所有操作过程;
 - 测试结果。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
表面活性剂 碘值的测定
GB/T 13892—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 11 千字
2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-46844 定价 16.00 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)68510107



GB/T 13892-2012