



中华人民共和国国家标准

GB/T 5174—2018
代替 GB/T 5174—2004

表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物 含量的测定 直接两相滴定法

Surface active agents—Detergents—Determination of cationic-active
matter content—Direct two-phase titration procedure

[ISO 2871-1:2010, Surface active agents—Detergents—Determination of
cationic-active matter content—Part 1: High-molecular-mass cationic-active
matter, MOD; ISO 2871-2:2010, Surface active agents—Detergents—
Determination of cationic-active matter content—Part 2: Cationic-active
matter of low molecular mass (between 200 and 500), MOD]

2018-12-28 发布

2019-07-01 实施

国家市场监督管理总局 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 5174—2004《表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物含量的测定》。与 GB/T 5174—2004 相比,主要技术变化如下:

- 修改了建议试验份称样质量(见 7.1,2004 年版的 7.1);
- 修改了试验份定容体积(见 7.2,2004 年版的 7.2);
- 修改了活性物含量的计算公式(见 8.1,2004 年版的第 8 章)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 2871-1:2010《表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物含量的测定 第 1 部分:高分子质量阳离子活性物》和 ISO 2871-2:2010《表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物含量的测定 第 2 部分:低分子质量(200~500)阳离子活性物》。ISO 2871-1:2010 和 ISO 2871-2:2010 均系表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物含量的测定方法标准,系根据同一直接两相滴定原理,应用相同的试剂、仪器、计算公式进行。本标准将二者合在一起,作为修订 GB/T 5174—2004 的采标依据。

本标准与 ISO 2871-1:2010 和 ISO 2871-2:2010 相比结构调整如下:

- 增加了“5.4 移液管”和“5.5 烧杯”;
- 修改了 ISO 2871-1:2010 和 ISO 2871-2:2010 中“7.1 测试中可能的干扰”在标准中的位置,将其提前至“第 1 章 范围”;
- 本标准中 7.2 和 7.3 对应于 ISO 2871-1:2010 和 ISO 2871-2:2010 中 7.2;
- 第 9 章“试验报告”中增加了“f) 试验日期和试验人员”。

本标准与 ISO 2871-1:2010 和 ISO 2871-2:2010 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示,附录 A 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准还做了下列编辑性修改:

- 修改了标准名称;
- 4.1 中增加“可供替换的溶剂二氯甲烷”的使用注解。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会(SAC/TC 272)归口。

本标准起草单位:中国日用化学研究院有限公司[国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)]、深圳市芭格美生物科技有限公司、西安开米股份有限公司、山西省标准化研究院。

本标准主要起草人:姚晨之、薛伟、郭宏涛、于文、段平梅、郁鸣钢。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5174—1985、GB/T 5174—2004。

表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物 含量的测定 直接两相滴定法

1 范围

本标准规定了测定表面活性剂、洗涤剂中阳离子活性物的直接两相滴定法。

本标准适用于测定的阳离子活性物如：

- a) 单、双、三脂肪烷基叔胺季铵盐，硫酸甲酯季铵盐；
- b) 长链酰胺乙基及烷基的咪唑啉盐或 3-甲基咪唑啉盐；
- c) 氧化胺及烷基吡啶鎓盐。

本标准适用于固体活性物或活性物水溶液。若其含量以质量分数表示，则阳离子活性物的平均相对分子质量已知，或预先测定。

本标准不适用于有阴离子或两性表面活性剂存在时的测定。

注 1：作为助溶剂存在的相对低分子质量甲苯磺酸盐及二甲苯磺酸盐，其相对于活性物的浓度小于或等于 15%（质量分数）时，尚不产生干扰。如浓度更大，则需考虑其影响。

注 2：非离子表面活性剂、肥皂、尿素和乙二胺四乙酸盐不干扰。

注 3：洗涤剂配方中的典型无机组分，如氯化钠、硫酸钠、硼酸钠、三聚磷酸钠、过硼酸钠、硅酸钠等不干扰，但过硼酸钠以外的漂白剂在分析前要予以破坏，且样品完全溶于水。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 13173 表面活性剂 洗涤剂试验方法（GB/T 13173—2008，ISO 607:1980，ISO 2996:1974，ISO 4313:1976，ISO 4325:1990，ISO 697:1981，MOD；ISO 4321:1997，IDT）

QB/T 2739 洗涤用品常用试验方法 滴定分析（容量分析）用试验溶液的制备

3 原理

在有阳离子染料和阴离子染料混合指示剂存在的两相（水-氯仿）体系中，用一阴离子表面活性剂标准溶液滴定样品中的阳离子活性物。样品中的阳离子表面活性剂最初与阴离子染料反应生成盐而溶于三氯甲烷层，使呈蓝色。滴定中，阴离子表面活性剂取代阴离子染料，在终点时与阳离子染料生成盐，使三氯甲烷层呈浅灰-粉红色。

4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用认可的分析纯试剂，水为符合 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 三氯甲烷。

注：亦可根据测试样品选择使用二氯甲烷，使用前确认二氯甲烷对所测试样品结果与三氯甲烷无显著性差异，同时

在报告结果时说明所用的试剂类别。

4.2 异丙醇。

4.3 月桂基硫酸钠(又称为十二烷基硫酸钠)标准滴定溶液, $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na}) = 0.004 \text{ mol/L}$, 按 QB/T 2739 配制。

4.4 酸性混合指示液, 按 QB/T 2739 配制。

5 仪器

普通实验室仪器和以下各项。

5.1 具塞量筒, 100 mL。

5.2 具塞滴定管, 50 mL。

5.3 单刻度容量瓶, 500 mL。

5.4 移液管, 25 mL。

5.5 烧杯, 100 mL。

6 试样制备

洗涤剂实验室样品应按 GB/T 13173 中的规定制备和贮存。

7 程序

7.1 试验份

称取含阳离子活性物约 2.0 mmol 的实验室样品至 100 mL 烧杯(5.5)中, 精确至 1 mg。

表 1 是按相对分子质量 360 计算的取样量, 可作参考。

表 1 试验份质量

试样中阳离子活性物含量(质量分数)/%	试验份质量/g
5	14
10	7
20	3.5
50	1.4
100	0.7

7.2 试样溶液的制备

7.2.1 对低相对分子质量(200~500)的样品用水溶解试验份(7.1), 定容 500 mL(试液 A)。

7.2.2 对高相对分子质量(500~700)样品溶解试验份(7.1)于 20 mL 异丙醇(4.2)中, 必要时加热。加约 50 mL 水, 搅拌溶解。转移至 500 mL 单刻度容量瓶(5.3), 用水稀释至刻度, 混合均匀(试液 A)。

注: 如若配制的溶液仍为混浊状(即未完全溶解), 可采用 7.2.3 方法进行制备。

7.2.3 对高相对分子质量(>700)样品溶解试验份(7.1), 用异丙醇水溶液(1+1, 体积比)溶解, 必要时加热溶解, 转移至 500 mL 单刻度容量瓶中(5.3), 用异丙醇水溶液(1+1, 体积比)稀释至刻度, 混合均匀(试液 A)。

7.3 测定

用移液管(5.4)精确移取 25 mL 试液 A 至 100 mL 具塞量筒(5.1)中。分别加入 10 mL 水、15 mL 三氯甲烷(4.1)和 10 mL 酸性混合指示液(4.4),混合均匀。

用月桂基硫酸钠标准滴定溶液(4.3)充满具塞滴定管(5.2),开始滴定,每次滴加后加塞,充分摇动。当接近终点时,摇动而形成的乳浊液极易破乳,继续逐滴滴定并充分振荡摇动,直至蓝色褪去,三氯甲烷层为浅灰-粉红色即达终点。记录滴定所消耗月桂基硫酸钠标准滴定溶液(4.3)的体积。

8 结果表示

8.1 计算

阳离子活性物含量,以质量分数 X 表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{c \times V_3 \times M_r \times V_1}{1\,000 \times V_2 \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——阳离子活性物含量,%;

c ——月桂基硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——滴定时所耗用的月桂基硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

M_r ——阳离子活性物的平均摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

V_1 ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位作为测定结果。

8.2 精密度

8.2.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 1.5%,以大于 1.5%的情况不超过 5%为前提。

8.2.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 3%,以大于 3%的情况不超过 5%为前提。

9 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全部资料;
- b) 所用的方法;
- c) 结果和所用的表示方法;
- d) 测定过程中出现的任何异常现象;
- e) 本标准未包括的或任选的所有操作细节;
- f) 试验日期和试验人员。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 2871-1:2010 和 ISO 2871-2:2010 的技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 2871-1:2010 和 ISO 2871-2:2010 的技术性差异及其原因

表 A.1 本标准与 ISO 2871-1:2010 和 ISO 2871-2:2010 的技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原因
1	修改“测试中可能存在的干扰”在标准中的位置，从原国际标准的“7.1 测试部分”提前到本标准的“1 范围”作注	修改后的“1 范围”汇总了影响测定结果的全部因素，进而使标准使用者对该标准的适用范围一目了然，有助于更加清楚地认识该标准
2	关于规范性引用文件，本标准做了具有技术性差异的调整，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下： ——删除 ISO 385、ISO 1042 和 ISO 2271:1989； ——增加引用 QB/T 2739(见 4.3、4.4)； ——用修改采用国际标准的 GB/T 6682 代替 ISO 3696(见第 4 章)； ——用修改采用国际标准的 GB/T 13173 代替 ISO 607(见第 6 章)	滴定管(ISO 385)和单刻度容量瓶(ISO 1042)均为实验室常用玻璃器皿，规定其规格后即可保证试验结果的有效性，故本标准中删除对 ISO 385 和 ISO 1042 的引用； ISO 2871 中引用了 ISO 2271 中的原理和试剂配制两个部分，本标准中试验原理已列于“3 原理”，试剂制备则引用了国内广泛使用的行业标准 QB/T 2739，故删除了对 ISO 2271:1989 的引用； 国家标准 GB/T 6682 为国际标准 ISO 3696 等效一致的国内标准； 用 GB/T 13173 代替国际 ISO 607，更加符合实际使用情况
3	用阴离子活性物标准溶液滴定待测阳离子活性物试样	ISO 2871-1:2010 以待测试样溶液作为滴定剂滴定阴离子活性物标准溶液，ISO 2871-2:2010 则以阴离子活性物标准溶液作为滴定剂滴定待测试样。两个 ISO 标准的原理相同，根据实际试验情况，将其统一为“用阴离子活性物标准溶液滴定待测阳离子活性物试样”
5.4	增加“5.4 移液管, 25 mL”	移液管为试验中精确移取试样溶液时必须用到的常用玻璃仪器
5.5	增加“5.5 烧杯”	烧杯为试验时溶解样品必须用到的常用玻璃仪器
7.1	修改试验份质量为“称取含阳离子活性物约 2 mmol 的实验室样品……精确至 1 mg”	根据经验，将试验份质量统一为约 2.0 mmol，使标准溶液滴定体积由约 17 mL 变为约 25 mL，可使滴定剂消耗体积与待测试样移取体积更接近，可更大程度上减小误差。规定称样量精确至 1 mg，在满足通常的准确度下，常用的分析天平可以符合要求

表 A.1 (续)

本标准章条编号	技术性差异	原因
7.2	修改定容体积为“500 mL”	修改后,不影响试验结果,同时更加节约成本、环保
7.2	修改试样溶液配制方法: 700>相对分子质量>500 的试样——“20 mL 异丙醇+水定容”配制试样溶液; 相对分子质量>700 的试样——“异丙醇水溶液 (1+1,体积比)”配制试样溶液	根据经验,部分高相对分子质量阳离子活性物采用 ISO 方法无法完全溶解得到透明溶液,影响了测定结果的准确性。调整后,可使试样完全溶解,使测定结果更加可靠
8.1	修改计算公式: 计算公式全部代入相对应字母,且未消除可约分项	本标准公式中全部带人相对应字母,同时未约分,充分体现了计算过程,且利于在特殊情况下使用
8.2	重复性误差<1.5% 再现性误差<3%	根据测试结果,精密度统一采用 ISO 2871-1:2010 中的规定
9	增加了试验日期和试验人员	便于试验报告溯源