



中华人民共和国国家标准

GB/T 13173—2021
代替 GB/T 13173—2008

表面活性剂 洗涤剂试验方法

Surface active agents—Test methods for detergents

(ISO 607:1980, ISO 697:1981, ISO 4313:1976,
ISO 4321:1977, ISO 4325:1990, ISO 21264:2019, MOD)

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 样品的分样	2
5 粉状洗涤剂颗粒度的测定	7
6 洗涤剂中总五氧化二磷含量的测定	8
7 洗涤剂中总活性物含量的测定	12
8 洗涤剂中非离子表面活性剂含量的测定(离子交换法)	14
9 洗涤剂中各种磷酸盐含量的分离测定(离子交换柱色谱法)	17
10 洗涤剂中甲苯磺酸盐含量的测定	20
11 洗涤剂发泡力的测定(Ross-Miles 法)	22
12 洗涤剂中螯合剂(EDTA)含量的测定(滴定法)	25
13 粉状洗涤剂表观密度的测定(给定体积称量法)	26
14 粉状洗涤剂白度的测定	28
15 洗涤剂中水分及挥发物含量的测定(烘箱法)	30
16 洗涤剂中活性氧含量的测定(滴定法)	31
17 洗涤剂中 4A 沸石含量的测定(滴定法)	32
18 洗涤剂中烷基酚聚氧乙烯醚含量的测定	34
19 洗涤剂中有效氯含量的测定(滴定法)	37
20 洗涤剂中游离碱含量的测定	38
21 洗涤剂中干钠皂含量的测定	39
22 洗涤剂高低温稳定性的测定	41
23 洗涤剂气味的测定	41
24 洗涤剂色泽与外观的测定	41
25 试验结果报告要求	41
附录 A(资料性附录) 本标准与采用的 ISO 标准相比的结构变化情况	42
附录 B(资料性附录) 本标准与采用的 ISO 标准的技术性差异及其原因	45
附录 C(资料性附录) 烷基酚聚氧乙烯醚鉴定试验	48

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 13173—2008《表面活性剂洗涤剂试验方法》。与 GB/T 13173—2008 相比,主要技术变化如下:

- 增加了块状产品的分样方法(见 4.2.4);
- 修改了总五氧化二磷含量测定中的磷钼蓝比色法的试样处理(见 6.2.4.2,2008 年版的 6.2.4.2);
- 修改了总活性物含量测定中的乙醇溶解物的萃取(见 7.4.1.1,2008 年版的 7.5.1.1);
- 修改了总活性物含量测定中的氯化钠测定的步骤(见 7.4.1.2,2008 年版的 7.5.1.2);
- 增加了非离子表面活性剂含量测定中的混床树脂的应用(见 8.2.13、8.4.1.3);
- 增加了发泡力测定中相对发泡力的测定(见 11.7);
- 删除了蛋白酶的相对酶活力或含量的测定(见 2008 年版的第 18 章);
- 增加了烷基酚聚氧乙烯醚含量的测定(见第 18 章);
- 增加了游离碱含量的测定(见第 20 章);
- 增加了干钠皂含量的测定(见第 21 章);
- 增加了高低温稳定性的测定(见第 22 章);
- 增加了气味的测定(见第 23 章);
- 增加了色泽和外观的测定(见第 24 章);
- 增加了资料性附录“烷基酚聚氧乙烯醚鉴定试验”(见附录 C)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 607:1980《表面活性剂和洗涤剂 样品分样方法》(Surface active agents and detergents—Methods of sample division)、ISO 697:1981《表面活性剂 洗衣粉 表观密度的测定 给定体积称量法》(Surface active agents—Washing powders—Determination of apparent density—Method by measuring the mass of a given volume)、ISO 4313:1976《洗衣粉 总五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法》(Washing powders—Determination of total phosphorus(V) oxide content—Quinoline phosphomolybdate gravimetric method)、ISO 4321:1977《洗衣粉 活性氧含量的测定 滴定法》(Washing powders—Determination of active oxygen content—Titrimetric method)、ISO 4325:1990《肥皂和洗涤剂 螯合剂含量的测定 滴定法》(Soaps and detergents—Determination of chelating agent content—Titrimetric method)和 ISO 21264:2019《表面活性剂 洗涤剂 烷基酚聚氧乙烯醚的测定》(Surface active agents—Detergents—Determination of alkylphenol ethoxylates)。

本标准由于整合了几项国际标准,在结构上有较大调整,附录 A 中列出了本标准与国际标准的章条编号对照一览表。

本标准与上述国际标准存在技术性差异,附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

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、上海开米科技有限公司、蓝月亮(中国)有限公司、联合利华(中国)有限公司、深圳市芭格美生物科技有限公司、浙江珂莉科技有限公司、厦门琥珀日化科技股份有限公司、华南理工大学。

本标准主要起草人:姚晨之、李晓婷、姚逸中、于文、何琼、李晓辉、李晓睿、张青、郭宏涛、冯文希、盛惊苑、方喜燕。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13173—2008。

表面活性剂 洗涤剂试验方法

1 范围

本标准描述了表面活性剂和洗涤剂试验方法的分样、颗粒度、总五氧化二磷含量、总活性物含量、非离子表面活性剂含量、各种磷酸盐含量、甲苯磺酸盐含量、发泡力、螯合剂(EDTA)含量、表观密度、白度、水分及挥发物含量、活性氧含量、4A沸石含量、烷基酚聚氧乙烯醚含量、有效氯含量、游离碱含量、干钠皂含量、高低温稳定性、气味、色泽和外观等指标的测试。

本标准适用于表面活性剂和洗涤剂产品的指标测定。

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(包括所有修改单)适用于本文件。

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—2012, ISO 3310-1:2000, MOD)

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)

JJG 512 白度计

QB/T 2739—2005 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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

表面活性剂 surface active agents

一种具有表面活性的化合物,它溶于液体特别是水中,由于在液/气表面或其他界面的优先吸附,使表面张力或界面张力显著降低。

3.2

洗涤剂 detergent

通过洗净过程用于清洗的专门配制的产品。

3.3

大批样品 bulk sample

不保持其独特性的汇集批样品。

3.4

混合的大批样品 blended bulk sample

汇集的批样掺合在一起得到的均一大批样。

3.5

分样 reduced sample

在不改变组成的条件下,通过减少样品的量而得到的样品。

注:在减少样量的同时,也可能需要减小样品颗粒。

3.6

最终样品 final sample

为了试验、参考或保存的目的,按照能够再分成相同份样的取样方法得到或制备的样品。

3.7

实验室样品 laboratory sample

为了送至实验室检验或试验用而制备的样品。

3.8

参考样品 reference sample

与实验室样品同时制备,并与之等价的样品。此样品可被有关各方接受并保留为在有异议时,用作实验室样品。

3.9

保存样品 storage sample

与实验室样品同时制备,并与之等价的样品。此样品将来可被用作实验室样品。

3.10

试验样品 test sample

由实验室样品制得,从中可直接称取试样。

3.11

活性物(洗涤剂用) active matter(for detergents)

在配方中显示规定活性的全部表面活性剂。

3.12

非离子表面活性剂 non-ionic surface active agent

在水溶液中不产生离子的表面活性剂。非离子表面活性剂在水中的溶解度是由于分子中存在具有强亲水性的官能团。

3.13

发泡力 foaming power

产品产生泡沫的能力。

3.14

螯合剂 chelating agent

具有几个电子给予体基团分子结构,能够通过螯合作用与金属离子结合的物质。

3.15

表观密度 apparent density

单位表观体积的质量。

3.16

白度 whiteness

在可见光区域内,物体表面相对完全白物体(标准白)漫反射辐射能的大小的比值。

注:白度用百分数表示。

4 样品的分样

4.1 原理

用机械方法将大批样品分样,直到获得小份样品。

由于以下原因需要对样品进行分样:

- a) 由 500 g 以上的混合大批样品制备 250 g 以上的最终样品或实验室样品;

- b) 由最终样品制备若干份相同的实验室样品或参考样品或保存样品,每份样品质量都在 250 g 以上;
- c) 由实验室样品制备试验样品;
- d) 本标准以后章条中提到的试验样品未特别说明时,均指经本章分样过程取得的试验样品。

4.2 程序

4.2.1 粉状产品分样

4.2.1.1 说明

此规定程序适用于粉状产品,包括喷雾干燥产品,也包括在干燥过程后再配入添加剂的产品。

注 1: 粉体中含有干燥后加入的添加剂时,所得到的物理混合物有分离倾向。

注 2: 对洗衣粉,建议在通风橱内取样,需要时带上面罩。

4.2.1.2 装置

可以用任何符合要求的装置。本标准规定使用锥形分样器。

锥形分样器(见图 1 和图 2)具有的构造应使每次分样操作所得的两份样品在数量上差不多。在性质上可代表原样。

能满足这些条件的锥形分样器(见图 1),主要包括加料斗(A)、锥体(B)和转换料斗(C)。锥体(B)的顶部正好位于加料斗(A)下开口的中心,转换料斗(C)位于锥体(B)的底部。各个受器排列在转换料斗(C)的周围并交替地连接到转换料斗底部的两个出口。被分样品经加料斗(A)流过锥体(B)表面,转至转换料斗(C),被分至各个受器,再交替地经两个出口流出,以给出两组类似的分样样品。

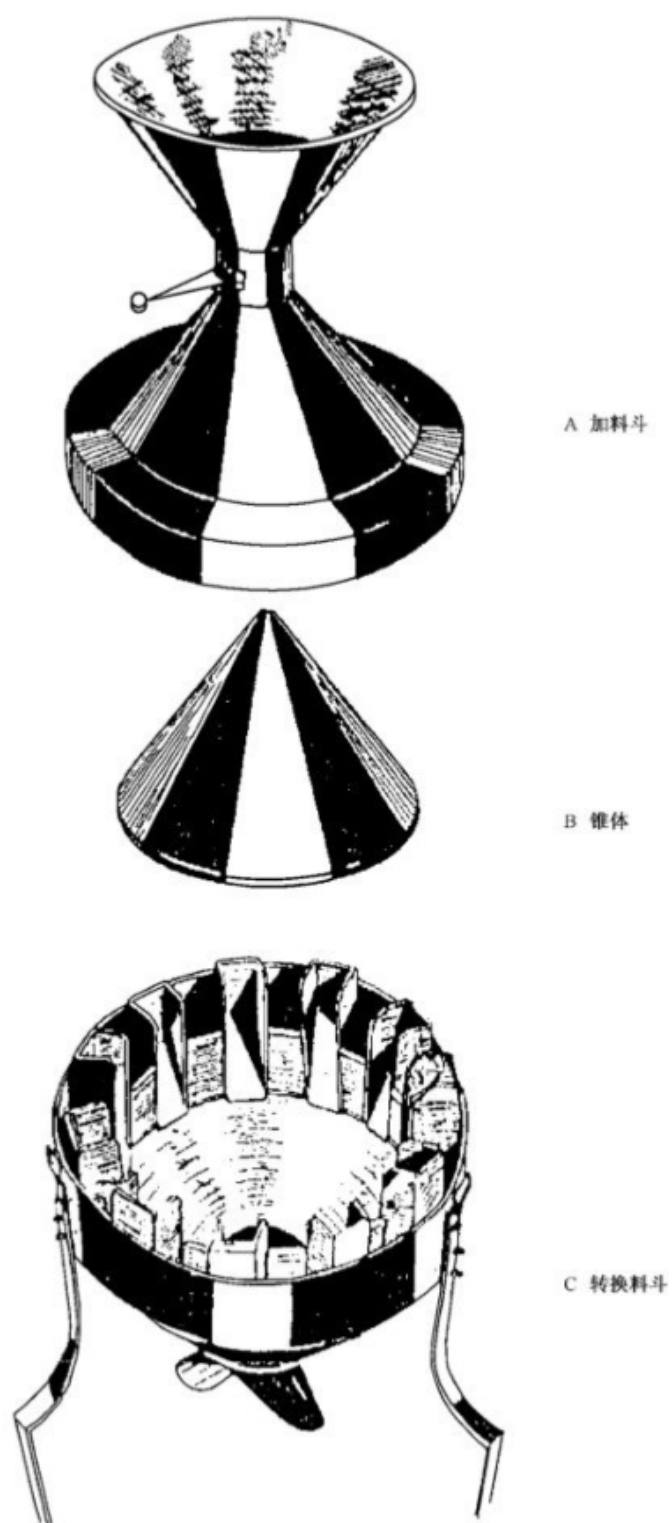


图 1 锥形分样器剖视图

单位为毫米

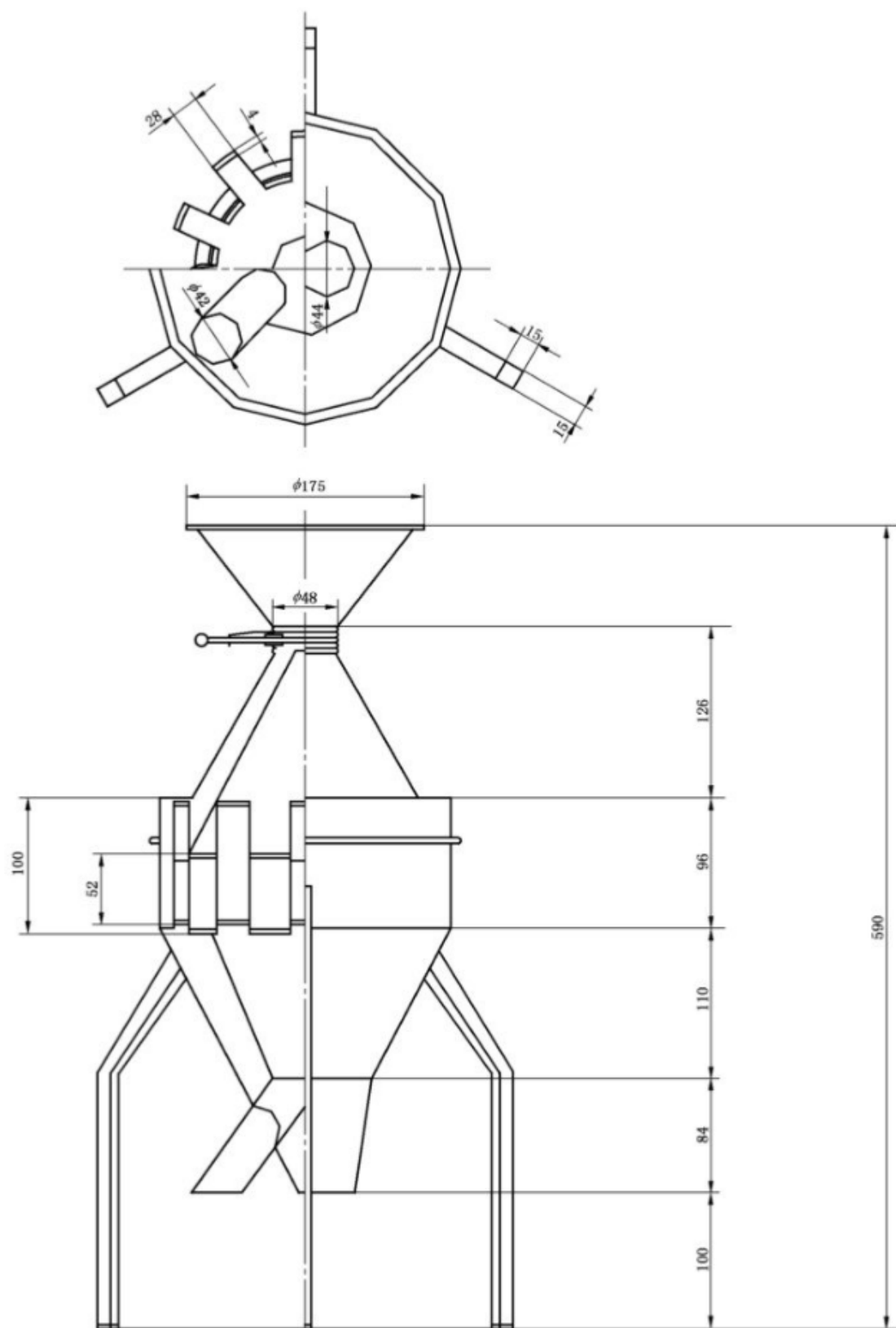


图 2 锥形分样器总图

4.2.1.3 分样的制备

4.2.1.3.1 最终样品的制备

在锥形分样器两个出口的下面各放一个接受器,将加料斗的阀门关闭,样品放入加料斗中,将阀门开至最大,使大批样品流过锥体,被分成两部分,各置于一个接受器内。

保留两份样品中的一份,将另一份弃去。再将一份新的大批样品通过锥形分样器,重复操作,直至所有大批样品被分样。

弄干净装置,再将保留的相当于一半大批样品如上述通过设备,重复操作,直至得到需要量的分样。

4.2.1.3.2 几个相同样品的制备

若所需样品数超过一个,应制备足够分样以得到 $2n$ 个相同样品,此处 $2n$ 等于或超过所需样品数。

采用本分样器将分样分成 $2n$ 个相等份。立即把每份全部放入密封瓶或烧瓶内。

4.2.1.3.3 试验样品的制备

如从实验室样品取试验样品,需将实验室样品按 4.2.1.3.1 和 4.2.1.3.2 的规定处理。

试验样品量最少不应少于 10 g,否则试验样品可能不能真正代表大批样品,从而不适合用作分析。

4.2.2 浆状产品分样

4.2.2.1 装置

4.2.2.1.1 取样勺或刮勺。

4.2.2.1.2 适宜的混合器,装有混合用打浆器。采用适宜设计的打浆器,要求有足够的功率,使大批样品能被全部混合并在 5 min 内呈奶油状,在混合过程中应尽量避免大量的气泡混入。

4.2.2.2 分样的制备

在原容器中将产品(大批样品或实验室样品)温热到 $35\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$,采用适宜的混合器(4.2.2.1.2)立即混合 2 min~3 min,直到获得均匀物。

在混合前不得从原容器中取出浆状物,以防得到没有代表性的样品,待分样的大批样品应放在不取出物料就可以混合的容器内。

加热和混合时间应尽可能短,以使产品变化降至最小。使用勺或刮勺,立即取出所需量的样品,并转入适当的已预称量并配有玻璃塞的容器内。

使容器中的内容物冷却到室温,再称量以得到分样的质量。

注:浆状物与玻璃容器接触容易分离出碱液,一旦样品被放入容器内,就不允许取出。

实际经验表明,在混合称量时会损失微量水分,这是可接受的。

4.2.3 液体产品分样

4.2.3.1 仪器和器皿

4.2.3.1.1 玻璃烧瓶或称量吸移管。

4.2.3.1.2 人工搅拌器(例如玻璃棒)。

4.2.3.1.3 机械搅拌器。

4.2.3.2 分样的制备

若产品(大批样品或实验室样品)清澈和明显均匀,则用人工搅拌器(4.2.3.1.2)混合之,然后用烧瓶或称量吸移管(4.2.3.1.1)立即取出所需量的分样。在混合过程中尽量避免形成泡沫,同时尽量避免由于蒸发引起的样品损失。

若产品(大批样品或实验室样品)混浊或有沉淀,则用机械搅拌器(4.2.3.1.3)混合之,立即取出所需量样品。

若产品(大批量样品或实验室样品)含有固体沉淀,应小心将原容器温热到约 30 ℃,直到通过搅拌使沉淀能全部分散或所有结晶消失,立即取出所需量样品。

4.2.4 块状产品分样

4.2.4.1 仪器与工具

4.2.4.1.1 样品刀或切割钢丝。

4.2.4.1.2 机械粉碎机。

4.2.4.2 分样的制备

用刀(4.2.4.1.1)将每条、块或片通过每面的中间互相垂直地切三刀,分成八份,收集斜对角的两个八份之一。若样品量超过需要的量,将每个八分之一再分成两等份(可进行多次重复,直至达到需要的样品量)。细细地切成薄片、磨碎或通过机械粉碎机(4.2.4.1.2)粉碎,充分混合后装入干净容器中。

注:如样品为洗衣片一样的特别薄片,则切两刀,样品分为四份,取对角线的两份。

4.3 分样的保存

最好是取样后,尽可能快地进行分析或试验,如办不到,可根据分样的意图,把它立即放入密闭的玻璃或塑料瓶内(不要使用金属容器),并测定和记录其质量。

注:直到进行分析和试验以前,分样尽可能保存在其原先条件下。

5 粉状洗涤剂颗粒度的测定

5.1 原理

将试样用规定孔径的筛子,经机械振荡器筛分,分别称取留于筛子上及底盘中试样的质量,以对试样的百分率表示之。

5.2 仪器

5.2.1 试验筛,符合 GB/T 6003.1 的规定,筛框直径 $D=200$ mm。按待测产品标准的要求选取一套规定孔径的筛子,配以底盘和筛盖。

5.2.2 电动振荡器,平行往复式(振幅 36 mm,频率 243 次/min)或立式(频率 1 400 次/min)。

5.2.3 天平,精度 0.1 g。

5.3 程序

5.3.1 把按要求选取的一套规定孔径的清洁、干燥的试验筛(5.2.1),按孔径从小到大的顺序,从下而上重叠为一筛组,将筛组置于底盘之上,一起装在电动振荡器(5.2.2)上。

5.3.2 称取试样 100 g(称准至 0.1 g),置于上层筛中,加筛盖。

5.3.3 开动振荡器,筛振 4 min±30 s;若用立式振荡器时,筛振 8 min±30 s。停止振荡后取下底盘和筛组,分别收集并称取各筛子及底盘中的试样质量(附着于筛面上的粒子用刷子仔细拂下)。

5.3.4 另取一只经分样器分样的试样,重复进行上述试验。

5.4 结果计算

根据筛盘上残留的试样质量,按式(1)计算颗粒通过率:

$$A_i = \frac{\sum B_i}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_i ——经 i 筛层的通过率;

$\sum B_i$ —— i 筛层以下各层(不包括 i 筛层)和底盘上试样质量之和,单位为克(g);

m ——试样的质量,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。

5.5 精密度

进行颗粒度试验时,各层筛上和底盘中残留试样的质量之和($\sum B_i$),与投入试样的质量(m)相比,减少量 $\left(\frac{m - \sum B_i}{m} \times 100\%\right)$ 应不大于 1%,否则应重新测定。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 1.5%,以大于 1.5%的情况不超过 5%为前提。

6 洗涤剂中总五氧化二磷含量的测定

6.1 磷钼酸喹啉重量法

6.1.1 原理

用硝酸水解聚磷酸盐,在丙酮溶液中磷酸盐以磷钼酸喹啉形式沉淀出来,将沉淀过滤、洗涤、干燥并称量。

6.1.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 三级或以上的水。

注:适用于本标准所有试验。

6.1.2.1 硝酸:密度约 1.4 g/mL,约 68%(质量分数)溶液。

6.1.2.2 柠檬酸钼酸钠试剂(即喹钼柠酮沉淀剂):溶解 70 g 钼酸钠二水合物($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 150 mL 水中(溶液 A)。溶解 60 g 柠檬酸一水合物($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)于 150 mL 水和 85 mL 硝酸(6.1.2.1)的混合液中(溶液 B)。在搅拌下,将溶液 A 加入溶液 B 中(溶液 C)。溶解 5 mL 喹啉(不含还原剂)于 100 mL 水和 35 mL 硝酸(6.1.2.1)的混合液中(溶液 D)。缓慢地把溶液 D 注入溶液 C 中并混匀。放入聚乙烯瓶中,置于暗处放置 24 h,用玻璃坩埚(6.1.3.2)抽滤。量取 280 mL 丙酮注入滤液中,用水稀释至 1 000 mL,混匀,贮存于另一洁净的聚乙烯瓶中。此溶液在避光下保存时间不超过 7 d。

6.1.3 仪器和器皿

6.1.3.1 中速定性滤纸,φ11 cm。

6.1.3.2 玻璃坩埚,有烧结玻璃板,孔径 5 μm~15 μm。

6.1.3.3 烘箱,能控温 $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.3.4 容量瓶,500 mL。

6.1.3.5 移液管,20 mL。

6.1.3.6 烧杯,400 mL。

6.1.3.7 量筒,100 mL、10 mL。

6.1.3.8 表面皿。

6.1.3.9 玻璃棒。

6.1.4 程序

6.1.4.1 试样

称取含 125 mg~500 mg 五氧化二磷的洗涤剂试验样品(称准至 2 mg)于 250 mL 烧杯中。

6.1.4.2 测定

向盛有试样的烧杯中加入 95%乙醇至 80 mL(对液体和膏状样品,加无水乙醇至乙醇浓度为 95%),用玻璃棒轻搅后,盖上表面皿,置电热板上煮沸 10 min,取下冷却,用中速定性滤纸(6.1.3.1)过滤,尽量使固体物留在烧杯中。然后用水洗涤滤纸两次,滤液收入保留有固体物的原烧杯中。

注 1:如遇水洗难以过滤时,可将滤纸底用针刺一个小孔,加速洗涤。

向原烧杯中补加水至 80 mL,用玻璃棒轻搅后,盖上表面皿,置电热板上加热,使固体物溶解。取下冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用中速定性滤纸(6.1.3.1)过滤容量瓶中液体(前 10 mL 滤液弃去)。移取 20.0 mL 滤液于 400 mL 烧杯中,加水使总体积达到 100 mL,加入 8 mL 硝酸(6.1.2.1),放入一玻璃棒,盖上表面皿,置电热板上缓缓煮沸,并维持微沸 40 min。取下烧杯,趁热小心加入 50 mL 喹钼柠酮沉淀剂(6.1.2.2),不要搅拌,然后盖上表面皿,再微沸 1 min。取下静置、冷却,期间搅拌 3 次~4 次,使生成的沉淀沉降。

注 2:喹钼柠酮沉淀剂加入时,易出现爆沸,使内容物溅出。所以尽量沿杯壁加入试剂,初始慢些,然后快速加入。

用预先在 $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重过的玻璃坩埚(6.1.3.2)真空抽滤。用倾泻法过滤、洗涤烧杯中的沉淀约 6 次,每次用水约 30 mL。然后用洗瓶将沉淀定量冲洗至玻璃坩埚,再洗涤 4 次,每次用水 20 mL~30 mL。洗涤时要待前一次洗涤用水完全滤干后再加下一份水。取下玻璃坩埚,放入已控温于 $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱(6.1.3.3)中,待温度稳定后计时 45 min。取出玻璃坩埚,置于干燥器中冷却 30 min 后,称量。

重复加热、冷却、称量操作,至两次称量相差不超过 0.001 g。

注 3:每次称量前在干燥器中冷却的时间是相同的。

6.1.4.3 空白试验

用同样量的全部试剂,但不加试样,用同样方法进行空白试验。得到沉淀的质量应不大于 1.5 mg,如果大于 1.5 mg,应更新试剂。

6.1.5 结果计算

洗涤剂中总五氧化二磷(P_2O_5)含量以质量分数(X)表示,按式(2)计算:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_0 \times \frac{V}{500}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——测定(6.1.4.2)中获得的沉淀质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验(6.1.4.3)得到的沉淀质量,单位为克(g);

0.032 07——磷钼酸喹啉 $[(C_9H_7N)_3H_3(PO_4) \cdot 12MoO_3]$ 换算为五氧化二磷的系数；

m_0 ——试样(6.1.4.1)的质量,单位为克(g)；

V ——用于测定的所取试验溶液体积,单位为毫升(mL)。

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。

6.1.6 精密度

对五氧化二磷含量在18%~30%的洗涤剂分析结果的重复性和再现性规定如下：

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0.5%，以大于0.5%的情况不超过5%为前提。

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1.1%，以大于1.1%的情况不超过5%为前提。

6.2 磷钼蓝比色法

6.2.1 原理

试样溶液滤去沸石等水不溶物后,剩下的聚磷酸盐在无机酸中水解成正磷酸盐,在还原剂存在的条件下与钼酸铵生成磷钼蓝,用分光光度计在波长650 nm下测定吸光度 A ,由标准曲线求出相应吸光度的五氧化二磷(P_2O_5)质量,计算相对样品的磷含量。

注：本方法适用于测定无机磷总量,当洗涤剂产品配方中含有结合磷元素的有机物时,可能存在干扰。

6.2.2 试剂

6.2.2.1 硫酸： $c(H_2SO_4)=5\text{ mol/L}$ 溶液。

6.2.2.2 钼酸铵-硫酸溶液：将7.2 g 钼酸铵四水合物 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ 溶解于水中,加入400 mL 硫酸溶液(6.2.2.1),用水稀释至1 000 mL。此溶液中硫酸浓度为 $c(H_2SO_4)=2\text{ mol/L}$,含三氧化钼(MoO_3)约6 g/L。

注：钼酸铵-硫酸溶液配制时间过长时会失效,可在显示反应中对比空白试液吸光度的变化发现。

6.2.2.3 抗坏血酸溶液(25 g/L)：将2.5 g 抗坏血酸溶解于100 mL 水中,该溶液过2 d~3 d宜重新配制。

6.2.2.4 五氧化二磷标准溶液(1.00 mg/mL)：将磷酸二氢钾(KH_2PO_4)在110℃烘箱内干燥2 h,在干燥器中冷却后称取1.917 g(称准至0.000 5 g),加水溶解,移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.2.2.5 五氧化二磷标准使用溶液(10 $\mu\text{g/mL}$)：准确移取10.0 mL 五氧化二磷标准溶液(6.2.2.4)于1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.2.2.6 盐酸,约1 mol/L溶液。

6.2.2.7 石油醚。

6.2.3 仪器和器皿

6.2.3.1 分光光度计,波长范围350 nm~800 nm。

6.2.3.2 烧杯,150 mL。

6.2.3.3 容量瓶,100 mL、500 mL、1 000 mL。

6.2.3.4 移液管,10 mL、15 mL、20 mL、25 mL。

6.2.3.5 刻度移液管,10 mL。

6.2.3.6 硬质玻璃试管, $\phi 25\text{ mm} \times 200\text{ mm}$ 。

6.2.3.7 中速定性滤纸, $\phi 110$ mm。

6.2.3.8 表面皿。

6.2.3.9 玻璃棒。

6.2.4 程序

6.2.4.1 标准曲线的制作

分别移取五氧化二磷标准使用溶液(6.2.2.5) 0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL 至硬质玻璃试管(6.2.3.6)中,加水至 25 mL,依次加入 10 mL 钼酸铵-硫酸溶液(6.2.2.2)和 2 mL 抗坏血酸溶液(6.2.2.3),置于沸水浴中加热 45 min,冷却,再分别转移至 100 mL 容量瓶(6.2.3.3)中,用水稀释至刻度,混匀。用分光光度计(6.2.3.1)以 10 mm 或 20 mm 比色池,水作参比,于 650 nm 波长处测定此系列溶液的吸光度。以净吸光度为纵坐标,五氧化二磷的量(μg)为横坐标,绘制标准曲线。

注:净吸光度是指各含五氧化二磷标准使用溶液试验液的吸光度分别扣减 0 mL 五氧化二磷标准使用溶液试验液的吸光度。

6.2.4.2 试样处理

不含皂洗涤剂:称取 1 g 试样(称准至 0.001 g)于 150 mL 烧杯(6.2.3.2)中,加水溶解并转移至 500 mL 容量瓶(6.2.3.3)中,再加水至刻度,摇匀备用。

含皂洗涤剂:称取 1 g 试样(称准至 0.001 g)于 150 mL 烧杯(6.2.3.2)中,向盛有试样的烧杯中加入 95%乙醇至 80 mL(对液体和膏状样品,加无水乙醇至乙醇浓度为 95%),用玻璃棒轻搅后,盖上表面皿,置电热板上煮沸 10 min,取下冷却,用中速定性滤纸(6.2.3.7)过滤,尽量使固体物留在烧杯中。然后用水洗涤滤纸两次,滤液收入保留有固体物的原烧杯中(注意:如遇水洗难以过滤时,可将滤纸底用针刺一小孔,加速洗涤),向原烧杯中补加水至 80 mL,用玻璃棒轻搅后,盖上表面皿,置电热板上加热,使固体物溶解。取下冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。

经处理好的洗涤剂溶液如有不溶物存在,应将溶液通过干的中速定性滤纸(6.2.3.7)过滤(如果过滤缓慢,可以先将溶液离心,过滤上层清液。发生穿滤时,应改用更细孔径的滤纸),用于烧杯收集滤液,弃去前 10 mL,然后收集约 50 mL 滤液进行测定。

无不溶物则直接进行测定。

6.2.4.3 测定

对于总五氧化二磷含量较低的产品(如低磷或无磷洗衣粉),移取 25.0 mL 滤液至硬质玻璃试管(6.2.3.6)中,按 6.2.4.1 中“依次加入……溶液的吸光度”,用相同规格的比色皿测定该溶液的吸光度,同时作一空白试验(不加试样)。

对于总五氧化二磷含量较高的产品(如含磷洗衣粉),移取 10.0 mL(V)滤液,定容于 1 L 容量瓶中,摇匀,再移取 25.0 mL 至试管中,与上述同样程序测定该溶液的吸光度。

由净吸光度从标准曲线上查得相应的五氧化二磷质量 $m(\mu\text{g})$ 。

注:如果试验溶液的吸光度超过标准曲线上吸光度最大值,减小试验溶液移取体积 V,重新测定。

6.2.5 结果计算

洗衣粉中总五氧化二磷含量以质量分数 X 计,数值以 % 表示,选择式(3)或式(4)计算:

总五氧化二磷含量较低的产品:

$$X = \frac{m}{m_0} \times \frac{500}{25} \times 10^{-1} \dots\dots\dots (3)$$

总五氧化二磷含量较高的产品：

$$X = \frac{m}{m_0} \times \frac{500 \times 1\,000}{25 \times V} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m ——与试验溶液净吸光度相当的五氧化二磷质量，单位为微克(μg)；

m_0 ——试样的质量，单位为克(g)；

V ——用于测定吸光度的溶液体积，单位为毫升(mL)。

以两次平行测定的算术平均值表示至小数点后一位为测定结果。

6.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对差值不大于3%，以大于3%的情况不超过5%为前提。

7 洗涤剂中总活性物含量的测定

7.1 原理

用乙醇萃取试样，过滤分离，定量乙醇溶解物及乙醇溶解物中的氯化钠，产品中总活性物含量用乙醇溶解物含量减去乙醇溶解物中的氯化钠含量算得。需要在总活性物含量中扣除水助溶剂时，可用三氯甲烷进一步萃取定量后的乙醇溶解物，然后扣除三氯甲烷不溶物而算得。

7.2 试剂

7.2.1 95%乙醇，新煮沸后冷却，用碱中和至酚酞呈中性。

7.2.2 无水乙醇，新煮沸后冷却。

7.2.3 硝酸银， $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 标准滴定溶液，按 QB/T 2739—2005 中 4.5 配制和标定。

7.2.4 铬酸钾，50 g/L 溶液。

7.2.5 酚酞，10 g/L 溶液。

7.2.6 硝酸，0.5 mol/L 溶液。

7.2.7 氢氧化钠，0.5 mol/L 溶液。

7.2.8 三氯甲烷。

7.2.9 硝酸钙，10%水溶液。

7.3 仪器与器皿

7.3.1 吸滤瓶，250 mL、500 mL 或 1 L。

7.3.2 古氏坩埚，25 mL~30 mL，铺中速滤纸或石棉滤层。

铺滤纸圆片时，先在坩埚底与多孔瓷板之间铺双层滤纸圆片，然后再在多孔瓷板上面铺双层滤纸圆片，滤纸圆片的直径要尽量与坩埚底部直径相吻合。

铺石棉滤层时，先在坩埚底与多孔瓷板之间铺一层快速定性滤纸圆片，然后倒满已在水中浸泡 24 h 并浮选分出的较粗的酸洗石棉稀淤浆，沉降后抽滤干，如此再铺两层较细酸洗石棉，于 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥后使用。

7.3.3 沸水浴。

7.3.4 烘箱，能控温于 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 。

7.3.5 烧杯，150 mL、300 mL。

7.3.6 干燥器，内盛变色硅胶或其他干燥剂。

- 7.3.7 量筒, 25 mL、100 mL。
 7.3.8 三角烧瓶, 250 mL。
 7.3.9 玻璃坩埚, 孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$, 约 30 mL。
 7.3.10 滴定管, 25 mL。
 7.3.11 滴瓶, 100 mL。
 7.3.12 表面皿。
 7.3.13 玻璃棒。

7.4 程序

7.4.1 定量乙醇溶解物和氯化钠含量测定总活性物含量(结果包含水助溶剂)(A 法)

7.4.1.1 乙醇溶解物的萃取

称取试样(粉、粒状样品约 2 g, 液、膏体样品约 5 g), 准确至 0.001 g, 置于 150 mL 烧杯(7.3.5)中, 加入 5 mL 蒸馏水, 用玻璃棒不断搅拌, 以分散固体颗粒和破碎团块, 直到没有明显的颗粒状物(液、膏体样品见注)。加入 5 mL 无水乙醇(7.2.2), 继续用玻璃棒搅拌, 使样品溶解呈糊状, 然后边搅拌边缓缓加入 90 mL 无水乙醇(7.2.2), 继续搅拌一会儿以促进溶解。静置片刻至溶液澄清, 用倾泻法通过古氏坩埚(7.3.2)或玻璃坩埚(7.3.9)进行过滤[用吸滤瓶(7.3.1)吸滤]。将清液尽量排干, 不溶物尽可能留在烧杯中, 再以同样方法, 每次用 95% 热乙醇(7.2.1) 25 mL 重复萃取、过滤, 操作四次。将吸滤瓶中的乙醇萃取液小心地转移至已称重的 300 mL 烧杯(7.3.5)中, 用 95% 热乙醇(7.2.1)冲洗吸滤瓶三次, 滤液和洗液合并于 300 mL 烧杯中(此为乙醇萃取液)。

注: 液体或膏体样品, 直接加入 100 mL 无水乙醇(7.2.2), 加热、溶解、静置, 用倾泻法通过古氏坩埚或玻璃坩埚进行过滤(对于某些难以过滤的样品, 称样后可预先在烘箱或电热板上干燥试样至黏稠状, 再用乙醇进行溶解萃取试验)。

将盛有乙醇萃取液的烧杯(7.3.5)置于沸腾水浴中, 使乙醇蒸发至尽, 再将烧杯外壁擦干, 置于 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 烘箱(7.3.4)内干燥 1 h, 移入干燥器(7.3.6)中, 冷却 30 min 并称重(m_1)。

7.4.1.2 乙醇溶解物中氯化钠含量的测定

将已称重的烧杯中的乙醇萃取物分别用 100 mL 水、95% 乙醇(7.2.1) 20 mL 溶解洗涤至 250 mL 三角烧瓶(7.3.8)中, 加入 20 mL 硝酸钙溶液(7.2.9), 再加入酚酞溶液(7.2.5) 3 滴, 如呈红色, 则以 0.5 mol/L 硝酸溶液(7.2.6)中和至红色刚好退去; 如不呈红色, 则以 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液(7.2.7)中和至微红色, 再以 0.5 mol/L 硝酸溶液(7.2.6)回滴至微红色刚好退去。然后加入 1 mL 铬酸钾指示剂(7.2.4), 用 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液(7.2.3)滴定至溶液由黄色变为橙色为止。

7.4.1.3 结果计算

7.4.1.3.1 乙醇溶解物中氯化钠的质量(m_2)以克计, 按式(5)计算:

$$m_2 = 0.058\ 5 \times V \times c \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

0.058 5——氯化钠的毫摩尔相对分子质量, 单位为克每毫摩尔(g/mmol);

V——滴定耗用硝酸银标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

c——硝酸银标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L)。

7.4.1.3.2 样品中总活性物含量, 以质量分数(X_1)表示, 按式(6)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——乙醇溶解物的质量,单位为克(g);

m_2 ——乙醇溶解物中氯化钠的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.4.1.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3%,以大于 0.3%的情况不超过 5%为前提。

7.4.2 定量乙醇溶解物测定总活性物含量(结果不包括水助溶剂)(B 法)

7.4.2.1 操作步骤

将 80 mL 三氯甲烷(7.2.8)以冲洗烧杯壁的方式加入 7.4.1.1 得到的乙醇溶解物(m_1)的烧杯。盖上表面皿,置烧杯于 50℃ 左右的水浴中加热至溶解。稍澄清后,将上部清液通过已恒重并称准至 0.001 g 的玻璃坩埚(7.3.9)过滤(用 250 mL 吸滤瓶吸滤)。

每次再用 20 mL 三氯甲烷(7.2.8)如此洗涤烧杯内壁及残余物和滤坩两次。将滤坩和烧杯置于 (105±2)℃ 烘箱内干燥 1 h,移入干燥器(7.3.6)内冷却 30 min 后称量,得三氯甲烷不溶物(m_3)。

样品中总活性物含量(结果不包括水助溶剂),以质量分数 X_2 表示,按式(7)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_3}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——乙醇溶解物的质量,单位为克(g);

m_3 ——乙醇溶解物中三氯甲烷不溶物的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.4.2.2 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 1.0%,以大于 1.0%的情况不超过 5%为前提。

8 洗涤剂中非离子表面活性剂含量的测定(离子交换法)

8.1 原理

用阴、阳离子交换树脂与离子型表面活性剂进行离子交换,使其保留在离子交换柱上,非离子表面活性剂则不被交换,而随溶剂流出。蒸除溶剂后,用重量法测定非离子表面活性剂的含量。

本方法用于测定洗涤剂中聚乙氧基化脂肪醇(AEO)和聚乙氧基化烷基酚(APE)、聚醚(PE)以及烷酰二乙醇胺等非离子表面活性剂含量。洗涤剂中常见的阴离子表面活性剂、羧甲基纤维素钠、氯化钠、硫酸钠、三聚磷酸钠、硅酸钠、硼酸钠等组分不干扰测定,但石油醚可溶物使结果相应偏高。

8.2 试剂或材料

8.2.1 强酸性阳离子交换树脂,氢型,0.30 mm~1.00 mm,001×7 型。

8.2.2 强碱性阴离子交换树脂,氯型,0.30 mm~1.00 mm,201×7 型。

8.2.3 95%乙醇。

8.2.4 盐酸,1 mol/L 溶液。

- 8.2.5 盐酸, 4 mol/L 溶液。
- 8.2.6 盐酸, 0.5 mol/L 的 95% 乙醇溶液。
- 8.2.7 盐酸, 2 mol/L 的 95% 乙醇溶液。
- 8.2.8 硝酸, 6 mol/L 溶液。
- 8.2.9 氢氧化钠, 1 mol/L 溶液。
- 8.2.10 硝酸银, 0.1 mol/L 溶液。
- 8.2.11 玻璃棉。
- 8.2.12 广范围 pH 试纸。
- 8.2.13 混床树脂, 型号: MB20 或同类型树脂。

8.3 仪器和器皿

- 8.3.1 离子交换柱, 内径 10 mm~15 mm, 长度 400 mm~500 mm, 下端收缩带有旋塞或带弹簧夹的橡皮管。
- 8.3.2 分液漏斗, 250 mL。
- 8.3.3 锥形烧瓶, 1 L。
- 8.3.4 低型烧杯, 100 mL, 150 mL, 500 mL。
- 8.3.5 磁力搅拌器。

8.4 程序

8.4.1 树脂的处理

8.4.1.1 阳离子交换树脂的处理

将阳离子交换树脂(8.2.1)用 3 倍体积的 4 mol/L 盐酸溶液(8.2.5)浸泡过夜, 用水以倾泻法洗涤 3 次。再用 3 倍体积的 4 mol/L 盐酸溶液(8.2.5)浸泡并搅拌 10 min, 用水以倾泻法洗涤 3 次。然后倒入离子交换柱(8.3.1)中, 柱底部垫玻璃棉, 顶部接分液漏斗(8.3.2), 加水至分液漏斗中水洗树脂至中性[用广范围 pH 试纸(8.2.12)测定, $\text{pH} \approx 7$], 洗涤期间应及时向分液漏斗中补充加水, 以免树脂干涸。

注: 所用柱子规格不限, 柱子大时, 可以一次性处理较多的树脂, 但耗时较长。

8.4.1.2 阴离子交换树脂的处理

将阴离子交换树脂(8.2.2)用 3 倍体积的 0.5 mol/L 盐酸乙醇溶液(8.2.6)浸泡过夜, 用水以倾泻法洗涤 3 次, 再用 3 倍体积的 1 mol/L 氢氧化钠溶液(8.2.9)浸泡并搅拌 10 min, 用水以倾泻法洗涤 3 次。将树脂倒入柱中, 然后倒入离子交换柱(8.3.1)中, 柱底部垫玻璃棉, 顶部接分液漏斗, 加 1 mol/L 氢氧化钠溶液(8.2.9)至分液漏斗中洗树脂至无氯离子[1 滴流出液加 3 滴 6 mol/L 硝酸溶液(8.2.8), 再加 1 滴 0.1 mol/L 硝酸银溶液(8.2.10), 与空白对照, 应不混浊], 洗涤期间应及时向分液漏斗中补充氢氧化钠溶液, 以免树脂干涸。然后, 再用水洗至中性[用广范围 pH 试纸(8.2.12)测定, $\text{pH} \approx 7$]。

注: 所用柱子规格不限, 柱子大时, 可以一次性处理较多的树脂, 不同于阳离子交换树脂的处理, 使用 1 mol/L 氢氧化钠溶液洗至无氯离子的过程会较为耗时。

8.4.1.3 混床树脂的处理

将 1:1 的强酸性阳离子交换树脂和强碱性阴离子交换树脂组成的混床树脂(8.2.13)用蒸馏水洗至中性[用广范围 pH 试纸(8.2.12)测定, $\text{pH} \approx 7$], 用与树脂等体积的 95% 乙醇(8.2.3)洗 5 次, 再用 95% 乙醇(8.2.3)浸泡半小时。

8.4.2 试样

称取 5 g 试验样品于 150 mL 烧杯(8.3.4)中,准确至 0.001 g。

8.4.3 测定

按 7.4.1.1 分离乙醇溶解物。将所得乙醇溶解物倒入 500 mL 烧杯(8.3.4)中,在蒸汽浴上浓缩至约 100 mL,获得溶液 A,任选下述两种方式之一继续进行试验:

a) 需要保留树脂,再生重复使用

- 1) 交换柱的填充与安装:在离子交换柱下端收缩部分铺填约 10 mm 厚的玻璃棉。将上述处理好的阳离子交换树脂(8.4.1.1)和阴离子交换树脂(8.4.1.2)分别倒入烧杯中,各用 95%乙醇(8.2.3)50 mL 置换水后,再分别装柱,树脂床高度约 30 cm,设法除去树脂床中的空气泡。

将阳离子柱在上,阴离子柱在下,阳离子柱顶置一 250 mL 分液漏斗(8.3.2),三者用橡皮塞或磨砂玻璃接头串联起来,在阴离子柱下置一 1 L 锥形烧瓶(8.3.3)。

- 2) 分离:定量转移溶液 A 到交换柱上的 250 mL 分液漏斗中。打开分液漏斗和两离子交换柱上的旋塞或弹簧夹,并调节开关使试样溶液以 2 mL/min~3 mL/min 的流速流出。待分液漏斗中的溶液流尽,立即用 10 mL 热的 95%乙醇(8.2.3)淋洗漏斗壁,并使淋洗液进入离子交换柱。然后将 95%乙醇(8.2.3)250 mL 倒入分液漏斗,洗提离子交换柱。流出液收集于锥形瓶中。蒸发流出液之溶剂,至残余 20 mL~30 mL 时将残余液定量转移到预先经恒重并称量过的 100 mL 烧杯(8.3.4)中,在蒸汽浴上蒸干后,于 105 °C 烘箱内干燥 1 h,再于干燥器内冷却 30 min,称量。

b) 不需要保留树脂,用后弃去

将处理好并用 95%乙醇 50 mL 置换水后的阴阳离子树脂各 15 g 或混床树脂 30 g 加入盛有溶液 A 的烧杯中,置于磁力搅拌器(8.3.5)搅拌 30 min。用普通三角形玻璃漏斗[下部垫少许玻璃棉(8.2.11)]过滤,并用 95%热乙醇洗涤树脂和烧杯 4 次,每次用 95%热乙醇 25 mL,滤液收集到预先经恒重并称量过的 300 mL 烧杯中,在蒸汽浴上蒸干后,于 105 °C 烘箱内干燥 1 h,再于干燥器内冷却半小时,称量。

8.5 离子交换树脂的再生

8.5.1 总则

测定两个平行试样后,阴阳离子交换树脂可以分别再生处理后,重复使用。混床树脂使用完即废弃。

8.5.2 阳离子交换树脂的再生

用 1 mol/L 盐酸溶液(8.2.4)150 mL 以 2 mL/min~3 mL/min 流速,洗提阳离子交换柱,再用水洗至中性[用广范围 pH 试纸(8.2.12)测定, pH≈7]。再按 8.4.3 所述,用 95%乙醇(8.2.3)置换水。

8.5.3 阴离子交换树脂的再生

用 2 mol/L 盐酸乙醇溶液(8.2.7)200 mL 以 2 mL/min~3 mL/min 流速,洗提阴离子交换柱。再用水洗至中性[用广范围 pH 试纸(8.2.12)测定, pH≈7]。然后用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(8.2.9)洗至无氯离子[按 8.4.1.2 中所述检验],再用水洗至中性[用广范围 pH 试纸(8.2.12)测定, pH≈7]。再按 8.4.3

所述,用 95%乙醇(8.2.3)置换水。

8.6 结果计算

试样中的非离子表面活性剂含量以质量分数 X 表示,按式(8)计算:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——经离子交换柱流出残余物的质量,单位为克(g);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

注:结果中包括有不是非离子表面活性剂的石油醚可溶物,一般情况可忽略不计,必要时减去。

8.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对差值不大于 10%,以大于 10%的情况不超过 5% 为前提。

9 洗涤剂中各种磷酸盐含量的分离测定(离子交换柱色谱法)

9.1 原理

试样溶液注入阴离子交换树脂柱后,先用水洗脱阳离子和非离子表面活性剂,再用递增浓度的氯化钾溶液依次洗提分离出正、焦、三聚、三偏和多聚磷酸盐,经水解后,以磷钼蓝比色法测定。

9.2 试剂或材料

9.2.1 强碱性阴离子交换树脂:201×7 氯型,φ0.07 mm~0.16 mm。在 4 mol/L 盐酸中浸泡 7 d,用蒸馏水以倾泻法洗至洗液澄清,保存于水中备用。

注:商品化离子交换树脂的粒度通常不在 0.07 mm~0.16 mm 范围之内,可选择粒度略大的同种型号树脂经研磨过筛后使用。

9.2.2 缓冲溶液(pH=4.3):溶解 51 g 乙酸钠三水合物($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)和 46 mL 乙酸于水中,用水稀释至 1 000 mL。

9.2.3 钼酸铵-硫酸溶液(7.2 g/L),同 6.2.2.2。

9.2.4 抗坏血酸,25 g/L 溶液,同 6.2.2.3。

9.2.5 盐酸,约 2 mol/L 溶液。

9.2.6 氯化钾,0.15 mol/L、0.25 mol/L、0.50 mol/L 和 0.75 mol/L 溶液,每种溶液 1 L 中含缓冲溶液(9.2.2)10 mL。

9.2.7 五氧化二磷标准溶液(1.00 mg/mL),同 6.2.2.4。

9.2.8 五氧化二磷标准使用溶液(10 μg/mL),同 6.2.2.5。

9.3 仪器和器皿

9.3.1 分光光度计,波长范围 350 nm~800 nm。

9.3.2 离子交换柱,玻璃管内径 10 mm,长 400 mm,管底收缩,配一玻璃活塞(25 mL 滴定管可适用),见图 3。

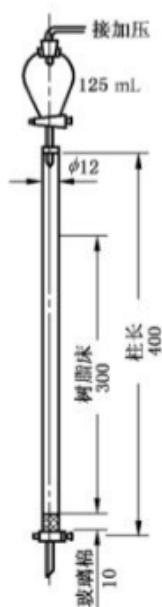


图3 离子交换柱

9.3.3 分液漏斗, 125 mL, 固定在铁环上, 配备橡皮塞与交换柱顶部连接。

9.3.4 硬质玻璃试管, $\phi 25\text{ mm} \times 200\text{ mm}$ 。

9.3.5 玻璃棉。

9.3.6 容量瓶, 100 mL, 250 mL, 500 mL。

9.3.7 量筒, 10 mL, 100 mL。

9.3.8 移液管, 10 mL, 25 mL, 50 mL。

9.3.9 刻度移液管, 10 mL。

9.3.10 烧杯, 100 mL。

9.4 程序

9.4.1 准备工作

9.4.1.1 离子交换柱的准备

将离子交换柱(9.3.2)固定在架子上, 其柱底装填 10 mm 厚的玻璃棉(9.3.5), 将处理好的树脂(9.2.1)装入柱内, 控制树脂床高为 300 mm, 用盐酸(9.2.5)浸泡过夜, 用前按 9.4.1.2 树脂再生步骤中使用前的处理程序处理后, 即可进样。

9.4.1.2 树脂的再生

每次样品洗提分离完毕后, 用 200 mL 盐酸(9.2.5)流过树脂床且浸泡过夜使树脂再生。使用前用 50 mL 盐酸(9.2.5)流过柱, 关闭交换柱旋塞, 将柱充满水, 塞上橡皮塞, 倒转几次使树脂松动, 排出空气泡。将柱竖直固定在架上, 连接好分液漏斗(9.3.3), 用水先慢速洗树脂(见图 3), 然后以 5.5 mL/min~6.0 mL/min 流速洗至流出液 pH 为 4.5~5.0(用水约 80 mL)。保持液面高于树脂层约 10 mm, 关闭交换柱和分液漏斗的旋塞, 备用。

9.4.1.3 选择最佳色谱分离条件

各种磷酸盐彼此分离与离子交换树脂的性能、交换柱参数、树脂床高、洗提液浓度、pH 和流速等因

素有关。因此,对选用的交换柱、离子交换树脂,制备好的离子交换柱,应按 9.4.2 分离测定程序,先用已知磷酸盐组分的样品,每 5 mL 流出液收作一份,按 9.4.1.4 分别测定吸光度,绘制流出体积曲线,从而确定最佳分离条件。

典型分离条件示范图见图 4。

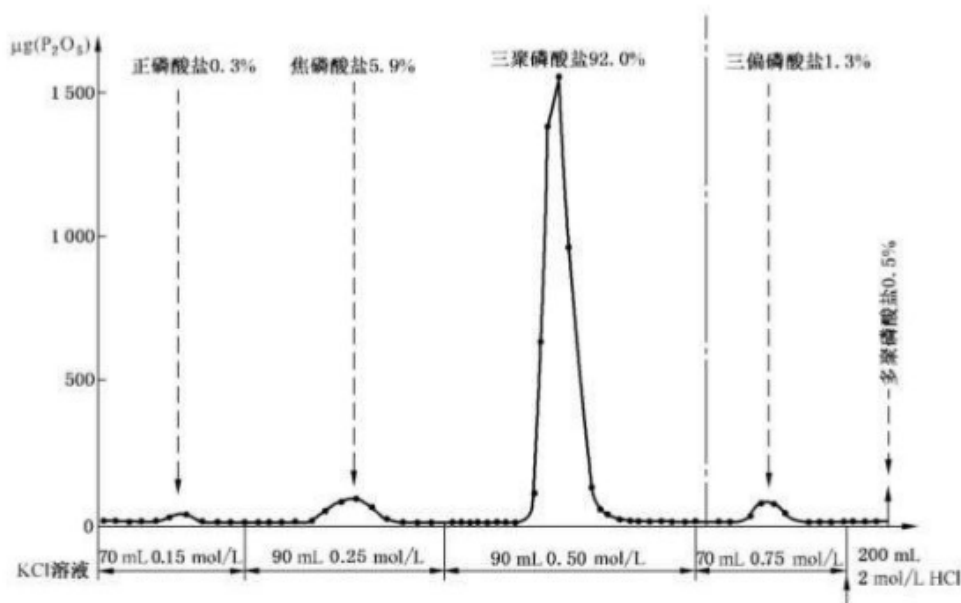


图 4 测定洗提条件的示范图

9.4.1.4 标准曲线的制作

操作步骤同 6.2.4.1。

9.4.2 分离测定

称取 1 g 洗涤剂试样(称准至 0.001 g),用水溶解并转移至 500 mL 容量瓶(9.3.6)中,加入 10 mL 缓冲溶液(9.2.2),用水稀释至刻度,混匀,用干的慢速定性滤纸过滤。移取 10.0 mL 滤液于离子交换柱上端的分液漏斗中,依次打开分液漏斗和离子交换柱的旋塞,使样品溶液流入树脂床,用 10 mL 水冲洗分液漏斗,随后再加 60 mL 水,加压,控制流速 5.5 mL/min~6.5 mL/min,洗脱阳离子和非离子表面活性剂等组分,弃去流出液。接着依次用 0.15 mol/L 氯化钾溶液(9.2.6)70 mL,0.25 mol/L 氯化钾溶液(9.2.6)90 mL,0.5 mol/L 氯化钾溶液(9.2.6)90 mL,0.75 mol/L 氯化钾溶液(9.2.6)70 mL,分别洗提正磷酸、焦磷酸、三聚磷酸、三偏磷酸根离子,并分别收集流出液于 100 mL、250 mL、250 mL、100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。分别移取 10 mL~25 mL 按 9.4.1.4 程序测定各组分的吸光度,同时进行空白试验,以试样溶液的净吸光度从标准曲线查得相应的五氧化二磷的质量(μg)。根据流出液的定容体积和移取的量计算不同形式磷酸盐质量 m_i 。

9.5 结果计算

洗涤剂中各种形式磷酸钠的含量以质量分数 X 表示,按式(9)计算:

$$X = \frac{m_i}{m_0} \times F_i \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_i ——由 i 种流出液中测得的五氧化二磷质量,单位为克(g);

m_0 ——试样(9.4.2)的质量,单位为克(g);

F_i ——从五氧化二磷计算相应磷酸钠的换算系数,分别如下:

正磷酸钠(Na_2HPO_4): $F_i = 2.000$;

焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$): $F_i = 1.873$;

三聚磷酸钠($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$): $F_i = 1.728$;

三偏磷酸钠 $[(\text{NaPO}_3)_3]$: $F_i = 1.437$ 。

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。

9.6 精密度

在重复性条件下获得的正磷酸钠、焦磷酸钠、三聚磷酸钠和三偏磷酸钠组分两次独立测定结果的绝对差值分别不大于0.1%、0.5%、1.0%、0.1%,以大于0.1%、0.5%、1.0%、0.1%的情况不超过5%为前提。

在重复性条件下获得的各种形式磷酸钠之和的两次独立测定结果的绝对差值不大于1.0%,以大于1.0%的情况不超过5%为前提。

10 洗涤剂中甲苯磺酸盐含量的测定

10.1 原理

用乙醇溶解法从洗涤剂样品中萃取出可溶有机物及表面活性剂,蒸出乙醇至干,用乙醚/水溶液萃取法将残留物中表面活性剂分离,用紫外吸收法测定水相中甲苯磺酸含量(在特征吸收波长下)。

10.2 试剂或材料

10.2.1 95%乙醇,新煮沸后冷却,酸度应小于0.2 mmol/L,如酸度大于0.2 mmol/L,应中和后蒸馏。

10.2.2 无水乙醇,新煮沸后冷却。

10.2.3 乙醚。

10.2.4 氯化钠。

10.2.5 盐酸,密度1.19 g/mL。

10.2.6 稀盐酸(1+3,体积比)。

10.2.7 甲苯磺酸:分析纯,甲苯磺酸含量不小于99.0%。

10.3 仪器和器皿

10.3.1 紫外分光光度计,扫描范围200 nm~400 nm,带有10 mm石英吸收池。

10.3.2 分析天平,精度0.000 1 g。

10.3.3 烧杯,150 mL,250 mL,300 mL。

10.3.4 吸滤瓶,250 mL,1 000 mL。

10.3.5 古氏坩埚,25 mL~30 mL,铺中速滤纸或石棉滤层。

铺滤纸圆片时,先在坩埚底与多孔瓷板之间铺双层滤纸圆片,然后再在多孔瓷板上面铺双层滤纸圆片,滤纸圆片的直径要尽量与坩埚底部直径相吻合。

铺石棉滤层时,先在坩埚底与多孔瓷板之间铺一层快速定性滤纸圆片,然后倒满已在水中浸泡24 h并浮选分出的较粗的酸洗石棉稀淤浆,沉降后抽滤干,如此再铺两层较细酸洗石棉,于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥后使用。

10.3.6 恒温水浴。

10.3.7 烘箱,能控制温度于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

10.3.8 量筒,10 mL,100 mL。

10.3.9 分液漏斗,250 mL。

10.3.10 容量瓶,250 mL,100 mL,50 mL。

10.3.11 移液管,50 mL,25 mL,10 mL,5 mL。

10.4 程序

10.4.1 甲苯磺酸浓度(c)-吸光度(A)标准曲线的制作

按以下程序操作:

- 称取 0.250 g 甲苯磺酸(10.2.7)(称准至 0.001 g)于 100 mL 容量瓶(10.3.10)中,用水溶解,并稀释到刻度,摇匀,此为溶液 A。
- 吸取 50.0 mL 溶液 A 于 250 mL 容量瓶(10.3.10)内,加入 2.5 g 氯化钠(10.2.4),60 mL 盐酸(10.2.5),用水稀释到刻度,摇匀,此为溶液 B。
- 分别吸取 10.0 mL、20.0 mL、25.0 mL、30.0 mL、35.0 mL、45.0 mL 溶液 B 于六个 100 mL 容量瓶(10.3.10)内,用水稀释至刻度摇匀。所配六个溶液中甲苯磺酸浓度分别为 0.050 g/L、0.100 g/L、0.125 g/L、0.150 g/L、0.175 g/L、0.225 g/L,此为溶液 C。
- 称取 0.25 g 氯化钠(10.2.4)于 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 盐酸(10.2.5),用蒸馏水稀释至刻度摇匀,用作紫外分光光度计(10.3.1)测定时的空白参比,此为溶液 D。
- 开启紫外分光光度计(10.3.1),待仪器稳定后,选择特征吸收波长 261 nm,用 10 mm 石英比色皿,以溶液 D 作参比,测定六个甲苯磺酸溶液 C 的吸光度(A),绘制出甲苯磺酸的浓度(c)-吸光度(A)工作曲线。

10.4.2 测定

10.4.2.1 试样

称取 5 g 均匀试验样品放于 250 mL 烧杯(10.3.3)中,称准至 0.001 g。

10.4.2.2 乙醇溶解物的分离

按 7.4.1.1 进行(蒸干乙醇后不必进行干燥称重即可进行下一步试验)。

10.4.2.3 乙醚的不溶物的分离

将 7.4.1.1 的乙醇溶解物溶解于约 75 mL 热水中,转移至 250 mL 分液漏斗(10.3.9)内,加入 40 mL 盐酸(10.2.5)摇动,冷却后,加入 100 mL 乙醚(10.2.3),激烈摇动,静置分层,分出乙醚相。再用 50 mL 乙醚重复萃取操作两次,合并乙醚萃取液,并用稀盐酸(10.2.6)每次 25 mL 洗涤乙醚萃取液三次。合并各次萃取中的酸性水溶液并再次用 100 mL 乙醚萃取,使其沉降 15 min~30 min,变透明,将水层放入一烧杯中蒸去乙醚,转移残留物至 250 mL 容量瓶中以水定容(如果溶液不澄清,则过滤此溶液,最好用玻璃过滤器)。再次移取 10.0 mL 此溶液于容积适当的容量瓶内(V),用蒸馏水稀释到刻度,摇匀待测。

10.4.2.4 测定样品中甲苯磺酸含量

用紫外分光光度计(10.3.1)在波长 261 nm 下,用 10 mm 石英比色皿,以溶液 D 作参比,测定 10.4.2.3 得到的溶液吸光度(A),从甲苯磺酸的浓度(c)-吸光度(A)工作曲线查出样品中甲苯磺酸浓度。

10.5 结果计算

洗涤剂中甲苯磺酸含量以质量分数 X 表示,按式(10)计算:

$$X = \frac{25 \times c \times V}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

c ——从工作曲线查得甲苯磺酸的浓度,单位为克每升(g/L);

V ——10 mL 乙醚不溶物水溶液(10.4.2.3)稀释到的体积,单位为升(L);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

注:如结果要求甲苯磺酸盐含量,则需要根据分子式进行相应的换算。

10.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.20%,以大于 0.20%的情况不超过 5%为前提。

11 洗涤剂发泡力的测定(Ross-Miles 法)

11.1 原理

将样品用一定硬度的水配制成一定浓度的试验溶液。在一定温度条件下,将 200 mL 试液从 90 cm 高度流到刻度量筒底部 50 mL 相同试液的表面后,测量得到的泡沫高度作为该样品的发泡力。

11.2 试剂或材料

11.2.1 氯化钙(CaCl_2)。

11.2.2 硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。

11.2.3 参比物质:月桂基硫酸钠(又称十二烷基硫酸钠),纯度不低于 99%。使用前如需干燥,温度应不超过 60℃。

11.3 仪器和器皿

11.3.1 泡沫仪

11.3.1.1 滴液管

由壁厚均匀耐化学腐蚀的玻璃管制成,管外径(45 ± 1.5)mm,两端为半球形封头,焊接梗管。上梗管外径 8 mm,带有直孔标准锥形玻璃旋塞,塞孔直径 2 mm。下梗管外径(7 ± 0.5)mm,从球部接点起,包括其端点焊接的注流孔管长度为(60 ± 2)mm;注流孔管内径(2.9 ± 0.02)mm,外径与下梗管一致,是从精密孔管切下一段,研磨使两端面与轴线垂直,并使长度为(10 ± 0.05)mm,然后用喷灯狭窄火焰牢固地焊接至下梗管端,校准滴液管使其 20℃时的容积为(200 ± 0.2)mL,校准标记应在上梗管旋塞体下至少 15 mm,且环绕梗管一整周(见图 5)。

单位为毫米

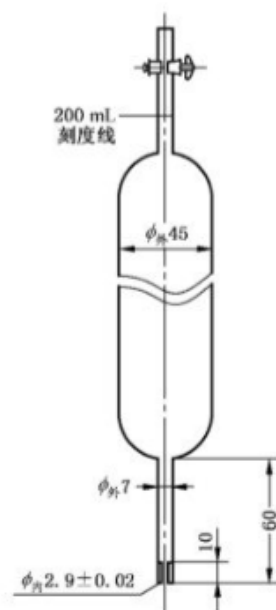


图 5 滴液管

11.3.1.2 刻度量管

由壁厚均匀耐化学腐蚀的玻璃管制成,管内径(50 ± 0.8)mm,下端收缩成半球形,并焊接一根管直径为 12 mm 的直孔标准锥形旋塞,塞孔直径 6 mm。量管上刻三个环线刻度:第一个刻度应在 50 mL (关闭旋塞测量的容积)处,但应不在收缩的曲线部位;第二个刻度应在 250 mL 处;第三个刻在距离 50 mL 刻度上面(90 ± 0.5)cm 处。在此 90 cm 内,以 250 mL 刻度为零点向上下刻 1 mm 标尺。刻度量管安装在一壁厚均匀的玻璃水夹套管内,水夹套管的外径不小于 70 mm,带有进水管和出水管。水夹套管与刻度量管在顶和底可用橡皮塞连接或焊接,但底部的密封应尽量接近旋塞(见图 6)。

单位为毫米

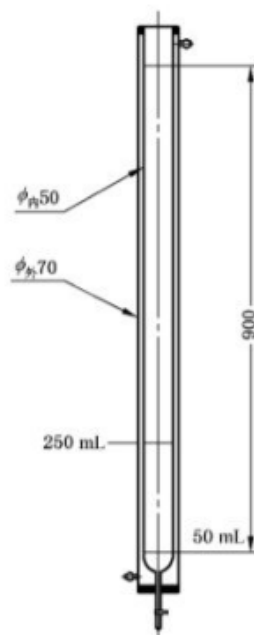


图 6 刻度量管

11.3.1.3 泡沫仪的安装

将组装好的刻度量管和夹套管牢固地安装于合适的支架上,使刻度量管呈垂直状态。将夹套管的进水管、出水管用橡皮管连接至超级恒温器(11.3.2)的出水管和回水管。用可调式活动夹或用与滴液管及刻度量管管口相配的木质或塑料塞座将滴液管固定在刻度量管管口,使滴液管梗管下端与刻度量管上部(90 cm)刻度齐平并严格地对准刻度量管的中心(即滴液管流出的溶液正好落到刻度量管的中心)。

11.3.2 超级恒温器

可控制水温于 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。

11.3.3 温度计

分度值小于或等于 0.5°C ,量程 $0^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ 。

11.3.4 烧杯

150 mL, 1 000 mL。

11.3.5 容量瓶

1 L。

11.4 程序

11.4.1 150 mg/kg 硬水的配制

称取 0.099 9 g 氯化钙(11.2.1)和 0.148 g 硫酸镁(11.2.2)于 150 mL 烧杯中,用蒸馏水溶解定量转移至 1 L 容量瓶(11.3.5)中,并稀释至刻度,摇匀。

11.4.2 试验溶液的配制

称取 2.5 g 试样,用已预热的 150 mg/kg 硬水溶解试样至 1 L,并使最终溶液的温度在 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$,再将溶液置于 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中陈化,从加水溶样开始到陈化结束总时间 30 min。

11.4.3 发泡力的测定

在测试前,提前启动水泵使循环水通过刻度管夹套,使水温稳定在 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$,并使测试溶液的温度也恒定在 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$,才能开始检测。刻度管内壁预先用铬酸硫酸洗液浸泡过夜,用蒸馏水冲洗至无酸。试验时先用蒸馏水冲洗刻度量管内壁,然后用试液冲洗刻度量管内壁,冲洗应完全,但在内壁不应留有泡沫。

自刻度量管底部注入试液至 50 mL 刻度线以上,关闭刻度量管旋塞,静止 5 min,调节旋塞,使液面恰好在 50 mL 刻度处。将滴液管用抽吸法注满 200 mL 试液,按 11.3.1.3 的要求安放到刻度量管上口。打开滴液管的旋塞,使溶液流下,当滴液管中的溶液流完时,立即开启秒表并读取起始泡沫高度(取泡沫边缘与顶点的平均高度),在 5 min 末再读取第 2 次读数。用新的试液重复以上试验 2 次~3 次,每次试验前应将管壁用试液洗净。

注:试验中规定的水硬度、试液浓度、测定温度可按产品标准的要求予以改变,在试验报告中说明。

11.5 结果表示

试样的发泡力用起始或 5 min 的泡沫高度(mm)表示,取至少三次误差在允许范围的结果平均值

作为最后结果。

11.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立试验结果之间的绝对差值不大于 5 mm,以大于 5 mm 的情况不超过 5% 为前提。

11.7 相对发泡力

11.7.1 参比物质的应用

准确称取一定量月桂基硫酸钠(11.2.3),用 150 mg/kg 硬水配成 $(0.1 \pm 0.005)\%$ 溶液,在 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中陈化后,按 11.4.3 测定发泡力。

注: 0.1% 月桂基硫酸钠溶液泡沫高度一般在 170 mm 左右。

11.7.2 相对发泡力值

以样品发泡力与参比物质发泡力之比作为本测试条件下的样品相对发泡力值 $F_{0.1\%}$ 。

12 洗涤剂中螯合剂(EDTA)含量的测定(滴定法)

12.1 原理

将样品溶液用盐酸溶液调节 pH 至 4.6 左右,以 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚作指示剂,用硫酸铜标准溶液滴定所含螯合剂,以相当的乙二胺四乙酸(EDTA)或其钠盐计算试样中螯合剂的含量。

12.2 试剂

12.2.1 盐酸, $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/L}$ 溶液。

12.2.2 乙酸盐缓冲溶液, $\text{pH} = 4.65$ 。

混合等体积的乙酸溶液 $[c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0.4 \text{ mol/L}]$ 和氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH}) = 0.2 \text{ mol/L}]$ 。

12.2.3 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN), 1 g/L 乙醇溶液。

12.2.4 硫酸铜, $c(\text{CuSO}_4) = 0.010 0 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液。

称取 2.497 g 硫酸铜五水合物 $(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$, 称准至 0.001 g。用水溶解并定量地转移至 1 L 容量瓶(12.3.4)中, 稀释至刻度混匀。制得的硫酸铜溶液用乙二胺四乙酸二钠标准溶液 $[c(\text{EDTA} \cdot 2\text{Na}) = 0.02 \text{ mol/L}]$ 按 12.4.2 标定其准确的浓度, 所用的乙二胺四乙酸二钠标准溶液按 QB/T 2739—2005 中 4.16 配制和标定。

12.3 仪器和器皿

12.3.1 pH 计, 配有玻璃电极和甘汞电极及磁力搅拌器。

12.3.2 微量滴定管, 容量 2 mL, 最小分度 0.01 mL。

12.3.3 烧杯, 150 mL, 250 mL。

12.3.4 容量瓶, 500 mL, 1 L。

12.3.5 量筒, 10 mL, 100 mL。

12.3.6 玻璃三角漏斗。

12.3.7 移液管, 10 mL~50 mL, 依据试样中 EDTA 含量选择。

12.4 程序

12.4.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样, 称准至 0.001 g, 于 250 mL 烧杯中, 用水溶解并定量转移至 500 mL 容量瓶

(12.3.4)中,稀释至刻度,充分混匀。

如果产品组成中螯合剂含量低于 0.1%时,可省略上述稀释步骤。直接称取试样 5 g,称准至 0.001 g,于 150 mL 烧杯中,进行测定。

如溶液中有沉淀或悬浮物,将溶液通过干的快速定性滤纸过滤,弃去前 20 mL,收集清液供测定用。如此操作,可排除存在的 4A 沸石对螯合剂测定的干扰。

12.4.2 测定

移取含有 0.003 g~0.005 g EDTA 的一定体积试验溶液(12.4.1)(滴定消耗的硫酸铜标准溶液体积应在 0.80 mL~1.40 mL)到 150 mL 烧杯中,加水至 80 mL,置磁力搅拌器上。插入已预先校准的 pH 计(12.3.1)的电极,在搅拌下加盐酸溶液(12.2.1)调整 pH 至 4.6 ± 0.5 。将电极抬起,冲洗后移开。

肥皂脂肪酸含量低对测定无干扰,但在必要时,可将 80 °C 热溶液通过经水润湿后的滤纸过滤,除去脂肪酸。用 50 mL 热水分 3 次洗涤烧杯(12.3.3)及滤器,洗涤液并入滤液。

加入 5 mL 乙酸盐缓冲溶液(12.2.2),加水至 130 mL。加热溶液至约 60 °C。加 5 滴~6 滴 PAN 指示剂(12.2.3),在搅拌下从微量滴定管(12.3.2)滴加硫酸铜标准滴定溶液(12.2.4),当滴定至溶液由黄色变红色,并保持 1 min 不变时,即为终点。

12.5 结果计算

试样中螯合剂以乙二胺四乙酸二钠二水合物计的的含量以质量分数 X_1 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$X_1 = \frac{c V_1 \times 372 \times 50}{m V_0} \quad \text{.....(11)}$$

试样中螯合剂以乙二胺四乙酸计的的含量以质量分数 X_2 计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$X_2 = \frac{c V_1 \times 292 \times 50}{m V_0} \quad \text{.....(12)}$$

式中:

c ——硫酸铜标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定所消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

372——乙二胺四乙酸二钠二水合物的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试样的质量,单位为克(g);

V_0 ——用于测定的试验溶液整分份的体积,单位为毫升(mL);

292——乙二胺四乙酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

12.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,当 EDTA 含量不超过 2%时,应不大于 0.01%,以大于 0.01%的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,对于 EDTA 含量不超过 2%的液体皂应不大于 0.06%;对于 EDTA 含量不超过 2%(质量分数)的洗涤剂应不大于 0.04%,以分别大于 0.06%或 0.04%的情况不超过 5%为前提。

13 粉状洗涤剂表现密度的测定(给定体积称量法)

13.1 原理

在规定条件下,将试样从一个具有规定形状的漏斗中漏下,装满一个已知容积的受器后,测定此粉体的质量。

粉体的表观密度可用占有一定体积的粉体质量,或一定质量粉体所占的体积来评价。在这两种形式中,都包括把粉体从原容器转移到测量容器这一过程。由于产品易碎,其流动性或结块性,其粒子的几何形状的变化,加之测定时,由于倾注至测量容器而造成的不可避免的压缩,因此一般所测得的表观密度不同于产品在原容器或包装中的密度。所以,测定的结果仅是一个与所用方法有关的惯用值。

本方法适用于自由流动的粉体,当使用合适的漏斗时,也适用于有结块趋势的粉体。若粉体中带有团块,则只有当这些团块易于松散,且又不致使粉体的颗粒破碎的情况下,本方法才适用。

13.2 装置(见图 7)

13.2.1 漏斗,可用不锈钢、塑料、木或其他合适的材料制成。

和流动粉体接触的所有表面应光滑,且不允许由于粉体的流动而产生静电。

测定自由流动的粉体时,漏斗下口的内径采用 40 mm,上口内径采用 108 mm,高度采用 130 mm;而测定有结块趋势的粉体时,下口内径采用 60 mm,上口内径采用 112 mm,高度采用 100 mm。

13.2.2 受器,容量为 500 mL,用与漏斗类似材料制作。

将受器体积按 13.3.1 规定校准至 (500 ± 0.5) mL。

13.2.3 支架,能使漏斗和受器对应定位,漏斗可借助漏斗法兰及支架顶板的孔,用定位销或螺钉固定。受器可用定位销或其他适当的方式固定在漏斗下面的正中央。

13.2.4 截止板,110 mm×70 mm。

13.2.5 直尺,长度为 150 mm。

13.2.6 玻璃板,100 mm×100 mm×7 mm。

单位为毫米

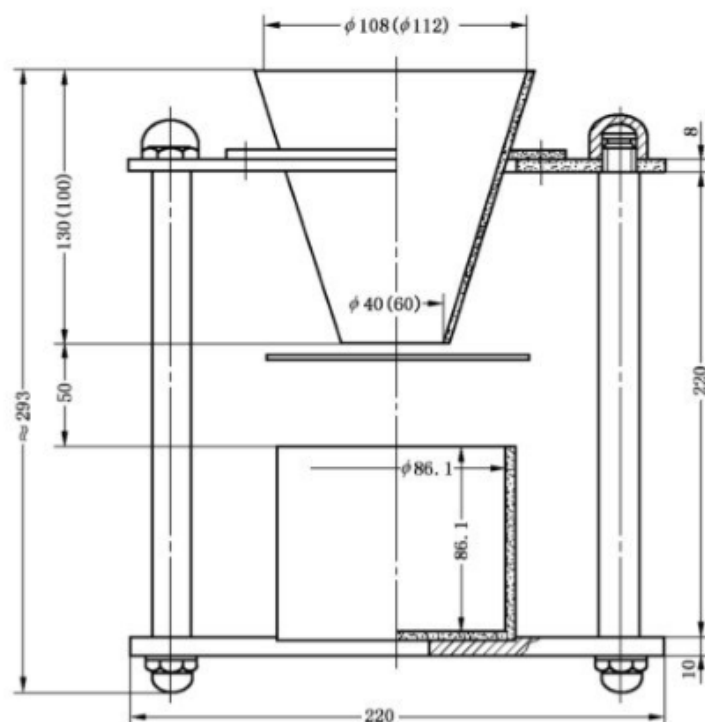


图 7 用于测定粉体或颗粒的表观密度的仪器

13.3 程序

13.3.1 受器的校准

按下法测定容积,校准受器。

把空的干净受器称准至 0.1 g, 置于一个水平面上, 用刚煮沸过冷却至 20 ℃ 的蒸馏水充满受器, 并轻轻敲打器壁以除去在倒水的过程中聚集起来的任何气泡。将已称重的玻璃板(13.2.6)水平地放到受器边缘上, 慢慢移动玻璃板使之通过水表面。当将要通过时, 再加 1 mL~2 mL 蒸馏水到受器中去, 移动此板, 使之完全覆盖该受器。小心用滤纸擦干露在受器外面的玻璃板下面及受器外壁的水, 然后称重, 精确到 0.1 g。

容器的容积(V)以毫升计, 按式(13)计算:

$$V = \frac{m_2 - (m_0 + m_1)}{\rho} \dots\dots\dots(13)$$

式中:

m_2 ——充满水并盖有玻璃板的受器质量, 单位为克(g);

m_0 ——空受器的质量, 单位为克(g);

m_1 ——玻璃板的质量, 单位为克(g);

ρ ——水的密度, $\rho = 1 \text{ g/mL}$ 。

13.3.2 试验样品的制备

轻轻摇晃存放实验室样品的容器, 以使任何团块松散, 注意勿使粉体的颗粒破碎。按 4.2.1 规定进行缩分样品, 使之均匀。

13.3.3 测定

将漏斗(13.2.1)放到支架(13.2.3)上, 称量过的受器(13.2.2)放在下底板的定位槽内。用截止板(13.2.4)遮住漏斗的下口, 握住此板并使之轻轻地紧贴着漏斗。把试样倒入漏斗, 直至其上缘, 然后快速地移去截止板, 漏斗中的试样随即流入受器并溢出。

用直尺(13.2.5)沿着受器的上口边缘, 小心地把粉体刮平呈平面, 并用干布擦净受器外壁。称量受器及内容物, 精确到 0.1 g。

用不同的试样至少进行两次测定。

13.4 结果计算

粉体表观密度(ρ)以克每毫升(g/mL)表示, 按式(14)求得:

$$\rho = \frac{m_3 - m_0}{V} \dots\dots\dots(14)$$

式中:

m_3 ——受器及其内容物的总质量, 单位为克(g);

m_0 ——空受器的质量, 单位为克(g);

V ——受器的体积, 单位为毫升(mL)。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后三位作为测定结果。

13.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对差值不大于 5%, 以大于 5% 的情况不超过 5% 为前提。

14 粉状洗涤剂白度的测定

14.1 原理

用白度计以 D_{65} 光源照射, 经用标准白板校准白度计后测得试样的三刺激值 X 、 Y 、 Z , 由甘茨

(Ganz)白度公式计算白度。

白色或近白色粉状洗涤剂(包括含荧光增白剂)的试样白度反映了粉状洗涤剂的表现特性。

14.2 试样处理

按 4.2.1 制备试验样品。供给测定白度的样品应是均匀有代表性的且不少于 200 g。

14.3 仪器

14.3.1 白度计

测定洗衣粉的白度可以用光谱光度计、色差计或能给出三刺激值 X 、 Y 、 Z 的仪器。所用的仪器具备如下条件:

- 仪器的光学几何条件可以是垂直照射漫射探测($0/d$)、漫射照射垂直探测($d/0$)、垂直照射 45° 探测($0/45$)、 45° 照射垂直探测($45/0$)中的任何一种;
- 仪器光源应是 D_{65} 或模拟 D_{65} 光源;
- 仪器的读数精度应达到小数点后一位;
- 仪器的稳定性、重复性及示值误差应符合 JJG 512 中二级或二级以上的要求。

14.3.2 标准白板

选用 GSB A 67001 氧化镁白度实物标准规定的氧化镁或自行选定优级纯或分析纯的氧化镁经国家计量标准测试部门给定白度数据的标准粉末,在有效期内用压样器压制标准白板,作为白度量值传递标准校准仪器。

14.3.3 工作白板

为了测定方便,可用表面平整、无刻痕、无裂纹的白色瓷板作为日常测定白度的工作白板,工作白板应常用标准白板标定。

工作白板应置于干燥器中避光处保存,如有污染,应用绒布或脱脂棉蘸无水乙醇擦净。然后置于 $105\text{ }^\circ\text{C}\sim 110\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥箱中烘 30 min 取出,置于干燥器中冷至室温,用标准白板标定。

14.4 程序

14.4.1 按使用说明书接通电源,预热和调整仪器。

14.4.2 取待测试样于 HY-3 型压样器样盒中,压制表面平整、无裂纹和污点的试样板。每个样品同时压制两块。

注: HY-3 型压样器系 GB/T 9087 推荐使用的压样器。

14.4.3 用标准白板或工作白板校准仪器至显示稳定的标准量值。

14.4.4 仪器经校准并稳定后,分别测定、记录每个试样的三刺激值 X 、 Y 、 Z 。

注:若仪器配有微机和打印机,则可直接打印出 X 、 Y 、 Z 或 W_{10} 、 $T_{w,10}$ 等值。

14.5 结果计算

采用国际照明委员会(CIE)于 1986 年公布推荐的甘茨白度公式为计算白度的公式,且应与淡色调公式并用。

白度公式:

$$W_{10}(\text{或 } W_R) = Y_{10} + 800(x_{n,10} - x_{10}) + 1\,700(y_{n,10} - y_{10}) \dots\dots\dots (15)$$

淡色调公式:

$$T_{w,10} = 900(x_{n,10} - x_{10}) - 650(y_{n,10} - y_{10}) \dots\dots\dots (16)$$

$$x_{10} = \frac{X_{10}}{X_{10} + Y_{10} + Z_{10}} \quad \dots\dots\dots (17)$$

$$y_{10} = \frac{Y_{10}}{X_{10} + Y_{10} + Z_{10}} \quad \dots\dots\dots (18)$$

式中:

W_{10} (或 W_g) ——被测试样的白度;

$T_{90,10}$ ——被测试样的淡色调系数;

$x_{s,10}$ 、 $y_{s,10}$ ——完全反射漫射体面对 10° 标准观察者的色品坐标值。对于 10° 视场 D_{65} 光源, $x_{s,10} = 0.313\ 8$; $y_{s,10} = 0.331\ 0$;

x_{10} 、 y_{10} ——被测样品对 10° 标准观察者实测结果计算得到的色品坐标值;

X_{10} 、 Y_{10} 、 Z_{10} ——测得试样的三刺激值。

以两次平行测定结果的算术平均值(保留至个位)作为测定结果。

14.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 1.0%, 以大于 1.0% 的情况不超过 5% 为前提。

14.7 试验报告

试验报告应注明所用仪器型号、光源及几何条件等。

注 1: 14.5 所列甘茨白度公式只可应用于下列极限范围值之内的被测试样: W_{10} 大于 40 和小于 $5Y-280$; $T_{90,10}$ 大于 -3 和小于 +3;

注 2: 对于带明显颜色的被测试样, 使用 14.5 所列甘茨白度公式评价白度是没有意义的。

注 3: 评价有色产品的色度, 需要采用三维色度空间(LAB)方式, 可参考相关的仪器使用说明。

15 洗涤剂中水分及挥发物含量的测定(烘箱法)

15.1 原理

通过对试样在一定温度下干燥后的质量损失, 测量试样中水分及挥发物的含量。

15.2 仪器和器皿

15.2.1 干燥器, 内放变色硅胶。

15.2.2 称量瓶, 50 mm×30 mm, 带盖。

15.2.3 烘箱, 能控制温度于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

15.3 程序

15.3.1 准确称取试样约 2 g (称准至 0.001 g), 放于已恒重的称量瓶(15.2.2)中。

15.3.2 将盛有试样的称量瓶放入 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱(15.2.3)中干燥 4 h。

15.3.3 取出称量瓶, 置于干燥器(15.2.1)中冷却 30 min 后加盖, 称量。

15.4 结果计算

水分及挥发物含量以质量分数 X 表示, 按式(19)计算:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (19)$$

式中:

m_1 ——试样干燥后减少的质量, 单位为克(g);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

15.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3%,以大于 0.3%的情况不超过 5%为前提。

16 洗涤剂中活性氧含量的测定(滴定法)

16.1 原理

过氧水合物的水溶液释出的过氧化氢和高锰酸钾在酸性溶液中共还原,伴有氧释出。

适用于测定洗涤剂中过氧水合物,如过硼酸钠,过碳酸钠;不适用于分析除含过氧水合物外,还含有在分析条件下能与酸性高锰酸盐反应的化合物的洗涤剂。

含有乙二胺四乙酸(EDTA)或其他同类螯合剂时,含量不超过 1%时,此法仍适用。

注 1: 加入硫酸锰可以避免某些洗涤剂可能发生相对长的诱导期。

注 2: 硝酸铋能与 EDTA 或其他乙酸盐基胺的螯合剂相络合,因此排除了任何可能的干扰。

注 3: 若加入硫酸铝,使先与缩合磷酸盐反应,可以避免在某些情况下,因与锰离子生成络合物而使终点不明显。

16.2 试剂

16.2.1 硫酸铝十八水合物 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}]$ 。

16.2.2 硫酸,含铋和锰的溶液:溶解 2 g 硝酸铋五水合物 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$ 和 4 g 硫酸锰一水合物 $(\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$ [或相当量四或五水合物 $(\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 或 $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$]于 1 L 的 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=5 \text{ mol/L}$ 硫酸溶液中。

16.2.3 硫酸(若需要),含铝、铋和锰溶液:溶解 50 g 硫酸铝(16.2.1),5 g 硝酸铋五水合物和 5 g 硫酸锰一水合物于 1 L 的 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=5 \text{ mol/L}$ 硫酸溶液中。

16.2.4 高锰酸钾, $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,按 QB/T 2739—2005 中 4.20 配制且新近标定。

16.3 仪器和器皿

16.3.1 容量瓶,1 000 mL。

16.3.2 锥形瓶,500 mL。

16.3.3 烧杯,2 000 mL。

16.3.4 机械搅拌器。

16.3.5 酸式滴定管,50 mL。

16.3.6 量筒,100 mL。

16.3.7 移液管,100 mL。

16.4 程序

称取约 10 g 试样(称准至 0.01 g),移入—2 L 烧杯(16.3.3)中,将单刻度容量瓶(16.3.1)充注 35 ℃~40 ℃的水至刻度并加至试样中,排尽需几秒钟。用机械搅拌器(16.3.4)激烈搅拌 3 min,使试样溶解,可能存在有少量不溶性的硅酸盐等可不必除去(即溶液 A)。

在溶解操作时,将 50 mL 硫酸溶液(16.2.2)置于锥形瓶(16.3.2)中,并在不停地摇动下,逐滴加入高锰酸钾标准滴定溶液(16.2.4),直到出现不退的淡粉红色。

用移液管(16.3.7)移取 100 mL 溶液 A 至锥形瓶。用高锰酸钾标准滴定溶液(16.2.4)滴定至淡粉红色。至少 15 s 不退。

若终点不明显,可以加 1 g 硫酸铝(16.2.1)或 20 mL 硫酸溶液(16.2.3)重复测定。

注 1: 在试样溶解后尽快进行测定。

注 2: 关于溶解试样的规定程序,未考虑使用常规的容量玻璃器皿,允许按样品的性质采用适当方式溶解试样。

注 3: 如实验室温度偏低,初滴定会出现红色不退,可稍加热,待红色褪去再继续滴定。

16.5 结果计算

洗涤剂中活性氧含量以质量分数 X 计,数值以 % 表示,按式(20)计算:

$$X = \frac{V \times c \times 8.0}{m} \quad \dots\dots\dots (20)$$

式中:

V ——测定耗用高锰酸钾标准溶液(16.2.4)的体积,单位为毫升(mL);

c ——所用高锰酸钾标准溶液(16.2.4)的准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

16.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对差值不大于平均值的 1.3%(活性氧含量约 2%),以大于平均值的 1.3%的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的相对差值不大于平均值的 5%(活性氧含量约 2%),以大于平均值的 5%的情况不超过 5%为前提。

17 洗涤剂中 4A 沸石含量的测定(滴定法)

17.1 原理

沸石在无机酸中易溶解并分解出铝离子。铝离子在 pH3~3.5 时与乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na)形成络合物,以二甲酚橙为指示剂,用乙酸锌回滴过量的 EDTA-2Na,定量铝离子(回滴定法)。到等当点后,在氟离子存在下煮沸,铝离子的 EDTA 络合物被选择性地解离,游离出等当量的 EDTA,同样可以用乙酸锌滴定(氟化钠解离法),而准确地求出铝离子的含量。根据所得的铝离子含量计算出样品中 4A 沸石的含量。

17.2 试剂和材料

17.2.1 乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na), $c(\text{EDTA-2Na})=0.01 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,按 QB/T 2739—2005 中 4.16 配制和标定。

17.2.2 乙酸锌, $c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2]=0.01 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,按 QB/T 2739—2005 中 4.17 配制和标定。

17.2.3 二甲酚橙指示液,1 g/L,参照 QB/T 2739—2005 中 5.8 配制,1 个月内有效。

17.2.4 硝酸,1 mol/L 溶液,量取 70 mL 浓硝酸,搅拌下慢慢倒入 900 mL 水中,稀释至 1 L。

17.2.5 氢氧化钠,200 g/L 溶液,称取 20 g 固体氢氧化钠,加 100 mL 水溶液。

17.2.6 乙酸钠,1 mol/L 溶液,称取 13.6 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),加水溶解并稀释至 100 mL。

17.2.7 乙酸铵,1 mol/L 溶液,称取 77 g 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$),加水溶解并稀释至 1 L。

17.2.8 硝酸,密度约 1.4 g/mL,约 65%(质量分数)溶液。

17.2.9 氟化钠。

17.2.10 精密 pH 试纸,pH2.7~4.7 和 pH1.4~3.0 两种范围或适合 pH2.0~2.5 和 pH3.0~3.5 范围的其他精密 pH 试纸。

17.3 仪器和器皿

17.3.1 烧杯, 50 mL, 250 mL, 400 mL。

17.3.2 容量瓶, 500 mL。

17.3.3 移液管, 10 mL, 25 mL。

17.3.4 具塞滴定管, 25 mL。

17.3.5 量筒, 100 mL。

17.3.6 酸式滴定管, 50 mL。

17.4 程序

17.4.1 回滴定法

称取 1.5 g~2.0 g 试样(称准至 0.001 g, 约含 4A 沸石 200 mg)于 250 mL 烧杯(17.3.1)中, 加入 50 mL 水和 20 mL 硝酸(17.2.8), 加热煮沸 10 min, 冷却后将溶液移至 500 mL 容量瓶(17.3.2)中, 用水稀释至刻度并混匀。用移液管(17.3.3)吸取 25.0 mL 试样溶液于 400 mL 烧杯(17.3.1)中, 加 50 mL 水, 用氢氧化钠溶液(17.2.5)调节 pH 至 2~2.5, 然后用乙酸钠溶液(17.2.6)调节 pH 至 3~3.5。准确加入 0.01 mol/L EDTA 标准滴定溶液(17.2.1)10.0 mL, 煮沸 30 min。冷却后, 加入乙酸铵溶液(17.2.7)20 mL, 将溶液 pH 缓冲至 5~6, 加水使总体积为 150 mL, 加 4 滴~5 滴二甲酚橙指示液(17.2.3), 用 0.01 mol/L 乙酸锌标准滴定溶液(17.2.2)进行回滴定, 溶液颜色由黄色变为红色即为终点。用同样操作进行空白试验。

17.4.2 氟化钠解离滴定法

按回滴定法(17.4.1)滴定至终点后, 在试样溶液中加入 0.5 g 氟化钠(17.2.9), 煮沸到溶液的红色消失。放冷后, 用 0.01 mol/L 乙酸锌标准滴定溶液(17.2.2)滴定从铝离子的 EDTA 络合物中游离出来的 EDTA, 溶液由黄色转为红色即为终点。

17.5 结果计算

17.5.1 试样中 4A 沸石含量以质量分数 X 表示, 回滴定法测定结果按式(21)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0.026\ 98 \times 6.77 \times 20}{m} \times 100\% \quad \text{.....(21)}$$

17.5.2 试样中 4A 沸石含量以质量分数 X 表示, 氟化钠解离法测定结果按式(22)计算:

$$X = \frac{V_2 \times c \times 0.026\ 98 \times 6.77 \times 20}{m} \times 100\% \quad \text{.....(22)}$$

式中:

V_0 ——空白试验耗用乙酸锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_1 ——试样测定耗用乙酸锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

c ——乙酸锌标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

0.026 98 ——铝的毫摩尔质量, 单位为克每毫摩尔(g/mmol);

6.77 ——铝换算为 4A 沸石 $\{\text{Na}_{96}[(\text{AlO}_2)_{96} \cdot (\text{SiO}_2)_{96}] \cdot 216\text{H}_2\text{O}\}$ 的系数;

V_2 ——氟化钠处理后滴定所耗用的乙酸锌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

17.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对差值不大于 2%, 以大于 2% 的情况不超过 5% 为

前提。

注：测定洗衣粉中 4A 沸石含量一般可按回滴定法，但是在洗衣粉中重金属离子含量足以影响测定结果时，采用氟化钠解离滴定法。

18 洗涤剂中烷基酚聚氧乙烯醚含量的测定

18.1 原理

称取样品于容器中，用甲醇超声提取。然后将提取物过滤，用配有二极管阵列检测器(DAD)或荧光检测器(FLD)的高效色谱系统进行分析。根据色谱峰保留时间定性，外标法定量。

18.2 试剂

18.2.1 甲醇，色谱纯。

18.2.2 辛基酚聚氧乙烯醚(OP_nEO , $2 \leq n \leq 12$)，例如：Triton X-100，CAS 号为 9002-93-1，Sigma-Aldrich 编号 T9284。

18.2.3 壬基酚聚氧乙烯醚(NP_nEO , $3 \leq n \leq 18$)，例如：IGEPAL CO-6302，CAS 号为 9016-45-9，Sigma-Aldrich 编号 542334。

注：试剂 OPEO 和 NPEO 的纯度级别可能不适用。

18.3 仪器和装置

18.3.1 分析天平，称量精度 0.1 mg。

18.3.2 超声波水浴，40 kHz，带恒温器装置。

18.3.3 滤膜，有机相，0.45 μm 。

18.3.4 容量瓶，10 mL、50 mL 及 100 mL。

18.3.5 高效液相色谱仪(HPLC)，配有 DAD 或 FLD 检测器。

18.3.6 带有保护柱的反相色谱柱， C_{18} 柱，固定相粒径 3.5 μm ，2.1 mm(内径)×150 mm(柱长)。

18.4 程序

18.4.1 标准溶液的制备

18.4.1.1 将烷基酚聚氧乙烯醚(APEO)的标准品或标准溶液用甲醇(18.2.1)制备成 1 000 mg/L 的标准储备液。即称取 OP_nEO (18.2.2)和 NP_nEO (18.2.3)各 100 mg，分别用甲醇溶解并定容至不同的 100 mL 容量瓶中。

色谱分析以储备溶液浓度为依据，故应保证各溶液浓度的准确性。

18.4.1.2 根据需要，移取一定量的 APEO 标准储备液至 100 mL 容量瓶(18.3.4)中，用甲醇稀释至刻度，配制成不同浓度，制备标准曲线。根据报告限度要求，配制最低浓度点。用不同的储备液制备相应的标准曲线。通过移取不同体积和不同浓度的储备溶液，配制 5 个浓度水平的标准溶液。

标准溶液应在 24 h 之内使用，保证最佳结果。若未曾因质控失败而废弃过标准储备液，可每 14 d 更换一次。

18.4.2 试验样品

依据第 4 章的规定制作试验样品。

称取约 1.0 g(称准至 0.001 g)试验样品置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容。将容量瓶放置于超声波水浴(18.3.2)中，至少提取 30 min。然后将提取液经过 0.45 μm 滤膜(18.3.3)过滤，用于色谱分析。

18.4.3 分析

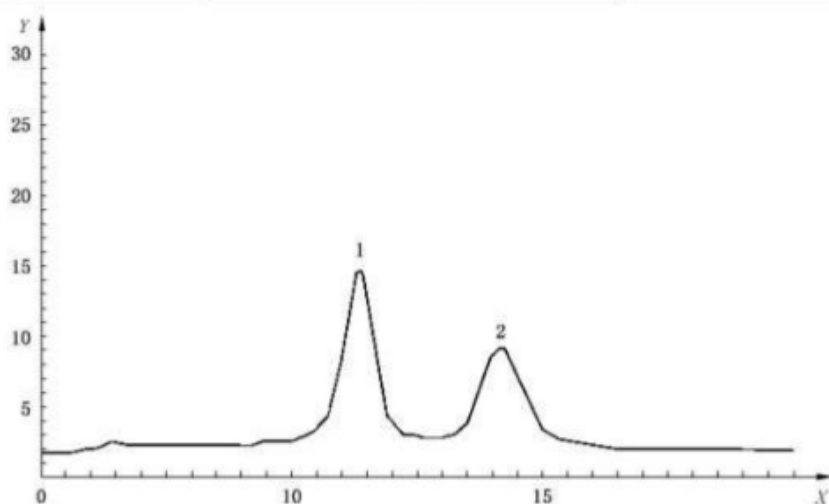
18.4.3.1 色谱条件

图 8 为典型样品示例图,由于各个实验室的 HPLC 仪器(18.3.5)的系统不同,所以不能提供统一的色谱分析条件。可参考以下所列的参数:

- 色谱柱:液相色谱柱 SB-C18, 2.1 mm(内径)×150 mm(柱长)或柱效相当的色谱柱;
- 固定相: C₁₈ 反相, 粒径 3.5 μm;
- 洗脱液 1: 甲醇;
- 洗脱液 2: 水;
- 梯度洗脱: 见表 1;
- 流速: 0.3 mL/min;
- 柱温: 40 ℃;
- 进样量: 10.0 μL;
- 检测器: 荧光检测器(FLD)或二极管阵列检测器(DAD);
- 定量检测: 二极管阵列检测器(DAD)波长设置 225 nm, 荧光检测器(FLD)波长设置 230 nm~296 nm。

表 1 HPLC 梯度洗脱表

时间 min	洗脱液 1 %	洗脱液 2 %
0.00	85	15
20.00	98	2
25.00	98	2
26.00	85	15
30.00	85	15



说明:

X —— 保留时间, min;

Y —— 检测器响应值;

1 —— 辛基酚聚氧乙烯醚(OPEO);

2 —— 壬基酚聚氧乙烯醚(NPEO)。

图 8 OPEO 和 NPEO 的 HPLC 图谱

18.4.3.2 定性测定

在设定条件下,对系列标准溶液和提取液自动进样 10.0 μL 。提取液被送入色谱柱(18.3.6)中,样品组分得到分离。在设定的色谱条件下,依据纯物质色谱峰的保留时间,对试验样品色谱峰进行定性检测。

18.4.3.3 校准曲线

以烷基酚聚氧乙烯醚的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制 5 点校准曲线,利用标准曲线确定样品浓度。定量分析时,校准曲线的相关线性系数应大于 0.990 (R^2 大于 0.980)。对于 OP₈EO (18.2.2)和 NP₈EO(18.2.3),本方法的定量检出限分别为 25 mg/kg 和 10 mg/kg。根据样品基质干扰的特性和实际使用仪器的特性,不同的样品,检出限可能不同。

18.4.3.4 定量检测

用色谱法测试样品,根据相关线性回归方程得到试样浓度,并以此计算样品中分析物的含量。对分析物进行定量分析时,通过比较样品与标准品的保留时间来定性。

使用标准溶液建立校准曲线。根据外标校准曲线,对目标物进行定量。样液的响应值应在仪器检测的线性范围内。当样品浓度超出校准溶液范围时,可以用甲醇对样品进行适当稀释。

各物质的定量限根据信噪比计算,检出限(LOD)等于 3 倍信噪比(S/N),定量限(LOQ)等于 10 倍信噪比(S/N)。

18.5 结果计算

18.5.1 计算

利用标准曲线对提取液中烷基酚聚氧乙烯醚含量进行测定,通过标准溶液峰面积制定标准曲线。烷基酚聚氧乙烯醚的含量用质量比 w_i 表示,单位为毫克每千克(mg/kg),按公式(23)计算。

$$w_i = \frac{A_i \rho_s V}{A_s m} \quad \dots\dots\dots (23)$$

式中:

w_i ——试样中烷基酚聚氧乙烯醚的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i ——样液中烷基酚聚氧乙烯醚的峰面积;

ρ_s ——校准溶液中烷基酚聚氧乙烯醚的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——校准溶液中烷基酚聚氧乙烯醚的峰面积;

m ——试样质量,单位为克(g)。

18.5.2 评价

为确定采用该方法得到的分析数据在测试的置信范围内是有效、准确的,检测时应遵循以下步骤。

可通过试验方法验证和对质量保证范围内的所有分析程序的验证进行方法评估。为了确保测试方法可控,定期分析空白基质溶液或已知浓度无干扰的 OP₈EO 和 NP₈EO 基质样品,以此对分析结果进行性能评估。

利用 18.4.1.2 得到的系列稀释溶液制备标准溶液,向空白基质溶液中加入已知浓度的 OP₈EO 和 NP₈EO,空白溶液中不含被分析物或含已知浓度的被分析物,否则空白基质样品不可用,然后按照 18.4~18.5.1 的步骤操作。本方法回收率不低于 90%。

对于试验结果为检出的试样,可以参考附录 C 的方法予以确认。

18.5.3 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 5 mg/kg,以大于 5 mg/kg 的情况不超过 5%为前提。

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 10 mg/kg,以大于 10 mg/kg 的情况不超过 5%为前提。

19 洗涤剂中有效氯含量的测定(滴定法)

19.1 原理

洗涤剂中有效氯在酸性溶液中与碘化钾起氧化作用,释放出一定量的碘,再以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定碘,根据硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗量计算出有效氯含量。

注:本标准中的有效氯是指与含氯消毒剂氧化能力相当的氯量(非指消毒剂所含氯量)。

19.2 试剂

19.2.1 硫代硫酸钠, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.05 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,按 QB/T 2739—2005 中 4.12 配制和标定。

19.2.2 硫酸, 2 mol/L 溶液。

19.2.3 碘化钾, 100 g/L 溶液。

19.2.4 淀粉指示液(10 g/L),按 QB/T 2739—2005 中 5.3 配制。此溶液一般使用期限为 14 d,若出现浑浊、沉淀或变色等现象时,应重新配制。

19.3 程序

称取含氯洗涤剂 1 g(精确到 0.001 g),用蒸馏水溶解后,转入 250 mL 容量瓶中,向容量瓶加水至刻度、混匀。

注:根据有效氯含量的大小调整称取样品的量。

向碘量瓶中加入硫酸(19.2.2)10 mL,碘化钾溶液(19.2.3)10 mL,混匀的洗涤剂 5.0 mL,溶液即出现棕色,盖上瓶盖,摇匀后,加水于碘量瓶缘封口,置暗处放 5 min(作平行样)。

用硫代硫酸钠标准滴定溶液(19.2.1)滴定游离碘,边滴边摇匀,待溶液呈淡黄色时加入淀粉指示液(19.2.4)10 滴(溶液立即变蓝色),继续滴定至蓝色消失,记录所用硫代硫酸钠的总量,重复 3 次取平均值计算。

注:当洗涤剂中含有氧化胺成分,因氧化胺和生成的碘反应生成浅黄色的碘化胺,干扰终点的判断,这种情况下要提前加入淀粉指示液。另外产品中含有氧化胺成分,可能导致有效氯测定结果偏低,需要确认方法适用性。

19.4 结果计算

洗涤剂中以有效氯含量以质量分数 X 计,数值以 % 表示,按式(24)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 35.45}{10m} \dots\dots\dots(24)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

35.45 ——氯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——碘量瓶中洗涤剂试样的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定的算术平均值表示至小数点后一位作为测定结果。

19.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的相对差值不大于 1.3%,以大于 1.3%的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的相对差值不大于 5%,以大于 5%的情况不超过 5%为前提。

20 洗涤剂中游离碱含量的测定

20.1 原理

用盐酸标准滴定溶液滴定洗涤剂样品溶液至某一设定的 pH,将消耗的盐酸溶液用等摩尔的氢氧化钠表示为洗涤剂中游离碱含量。

20.2 试剂

20.2.1 盐酸, $c(\text{HCl})=0.05 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,按照 QB/T 2739—2005 中 4.3 配制和标定。

20.2.2 混合磷酸盐缓冲溶液, pH 为 6.86(25 °C)。将市售袋装的混合磷酸盐倒入 150 mL 烧杯中,加入新煮沸并冷却至室温的水,溶解后,转入 250 mL 容量瓶中,以水冲洗塑料袋,合并,定容,摇匀。

20.2.3 四硼酸钠缓冲溶液, pH 为 9.18(25 °C)。将市售袋装的四硼酸钠倒入 150 mL 烧杯中,加入新煮沸并冷却至室温的水,溶解后,转入 250 mL 容量瓶中,以水冲洗塑料袋,合并,定容,摇匀。

20.3 仪器和器皿

20.3.1 pH 计(酸度计),仪器精度为 0.02 pH 单位。

20.3.2 玻璃测量电极和甘汞参比电极,使用前玻璃电极应在水中浸泡 24 h。

20.3.3 复合电极,用以代替玻璃电极和参考电极。

20.3.4 电磁搅拌器。

20.3.5 烧杯,100 mL、400 mL。

20.3.6 容量瓶,500 mL。

20.3.7 移液管,50 mL。

20.3.8 酸式滴定管,50 mL。

20.4 程序

20.4.1 试样

称取试验样品约 4 g(称准至 0.001 g)至 400 mL 烧杯中,加入约 250 mL 煮沸并冷却至室温的水,然后在电磁搅拌器(20.3.4)上搅拌 10 min,使其充分溶解,再转移至 500 mL 容量瓶(20.3.6)中,加水定容。

20.4.2 pH 计校准

打开 pH 计(20.3.1),预热 30 min,按仪器使用方法依次用混合磷酸盐缓冲溶液(20.2.2)和四硼酸钠缓冲溶液(20.2.3)校准。测试两个或两个以上洗涤剂样品时,在更换样品之前应重新校准 pH 计。

20.4.3 滴定

用移液管(20.3.7)准确移取试液(20.4.1)25.0 mL置于50 mL烧杯中,在电磁搅拌器(20.3.4)下用盐酸标准滴定溶液(20.2.1)滴定,并用pH计(20.3.1)跟踪测定溶液的pH。在pH接近9时,缓慢微量滴加至9.0,稳定10 s不变时,即为滴定终点,记录消耗盐酸标准滴定溶液的体积(若样品pH在9附近出现突跃时,pH会瞬间大于9,则为滴定终点)。

20.5 结果计算

洗涤剂中游离碱含量以氢氧化钠的质量分数 X 计,数值以%表示,按式(25)计算:

$$X = \frac{V \times c \times 20 \times 40}{10m} \dots\dots\dots (25)$$

式中:

V ——滴定耗用盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸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)。

以两次平行测定的算术平均值表示至小数点后一位为测定结果。

20.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.2%,以大于0.2%的情况下不超过5%为前提。

21 洗涤剂中干钠皂含量的测定

21.1 原理

将试样水溶液用硫酸使其中的脂肪酸钠分解成脂肪酸,用石油醚萃取。蒸出萃取液中的石油醚后,将残余物溶于乙醇中,用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液中和脂肪酸。蒸出乙醇,称量生成的脂肪酸钾,再换算成脂肪酸钠(以干钠皂计)含量。

21.2 试剂

21.2.1 丙酮。

21.2.2 石油醚,沸程30℃~60℃,无残余物。

21.2.3 95%乙醇,新煮沸后冷却,以碱中和至对酚酞呈中性。

21.2.4 乙醇-水溶液(1+1,体积分数)。

21.2.5 硫酸, $c(1/2H_2SO_4)=4$ mol/L溶液,按QB/T 2739—2005中4.4配制。

21.2.6 氢氧化钾, $c(KOH)=0.2$ mol/L氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液,按QB/T 2739—2005中4.2配制和标定。

21.2.7 甲基橙,1 g/L指示液,按QB/T 2739—2005中5.15配制。

21.2.8 酚酞,10 g/L指示液,按QB/T 2739—2005中5.1配制。

21.3 仪器和器皿

21.3.1 烧杯,高型,150 mL。

21.3.2 分液漏斗,500 mL、250 mL。

21.3.3 平底烧瓶,250 mL。

21.3.4 水浴锅,可控制温度。

21.3.5 烘箱,可控温 $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

21.3.6 索氏抽提器。

21.3.7 萃取量筒,配有磨口玻璃塞,直径 $\phi 39\text{ mm}$,高 350 mm , 250 mL 。

21.3.8 量筒, 10 mL 、 100 mL 。

21.3.9 碱式滴定管, 50 mL 。

21.3.10 滴瓶。

21.4 程序

按以下程序操作:

a) 在分液漏斗(21.3.2)中加入硫酸溶液(21.2.5) 30 mL ,并加入甲基橙指示液(21.2.7) 1 mL 。称取约 10 g 试样(称准至 0.001 g)于 150 mL 烧杯中,加乙醇-水溶液(21.2.4) 80 mL ,在封闭电炉上加热至近沸;静置分层,将不溶物在酸化前析出,将上层清液完全转入到上述分液漏斗中;每次用约 70°C 的乙醇-水溶液 20 mL 洗涤烧杯和不溶物,共洗涤四次,将洗涤液也完全转入,并避免将不溶物倾入。冷却分液漏斗中的内容物至 $30^{\circ}\text{C}\sim 40^{\circ}\text{C}$,加入石油醚(21.2.2) 50 mL ,盖好塞子,握紧塞子缓慢地倒转分液漏斗,逐渐打开分液漏斗的旋塞以泄放压力,然后关住,轻轻地摇动,再泄压,重复操作3次,静置分层。若萃取过程中乳化,根据情况用适量95%乙醇破乳。

b) 将下面水层放入第二只分液漏斗中,用 30 mL 石油醚重复21.4.a)萃取操作。再将水层转移至第三只分液漏斗中,加入 30 mL 石油醚,再次重复21.4.a)萃取操作。弃去水层,将三次石油醚萃取液合并在第一只分液漏斗中。

加 25 mL 乙醇-水溶液(21.2.4)摇动洗涤石油醚萃取液,直至洗涤液对甲基橙指示液呈中性,一般洗涤三次即可。

萃取过程中,每次静置至少 5 min 后,待两液层间有清晰的分界面才可放出水层。最后一次洗涤水放出后,将分液漏斗急剧转动,但不倒转,使内容物发生旋动,以除去附着在器壁上的水滴。

注:可以采用萃取量筒(21.3.7)代替分液漏斗(21.3.2)进行萃取操作。

c) 用干滤纸将水洗过的石油醚溶液仔细过滤至已恒重的平底烧瓶(21.3.3)中,用少量石油醚洗涤分液漏斗2次~3次,将洗涤液过滤至烧瓶中。用温热石油醚彻底洗净滤纸,将洗涤液也收集到烧瓶中。

在水浴锅(21.3.4)上使用索氏抽提器(21.3.6)回收石油醚。将底瓶中残余物溶解在 10 mL 乙醇(21.2.3)中,加酚酞指示液(21.2.8)2滴,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液(21.2.6)滴定至稳定的淡粉红色为终点,记下所耗用滴定溶液的体积 V 。

d) 在水浴上蒸出乙醇,当乙醇快蒸干时,转动烧瓶使钾皂在瓶壁上形成一薄层。转动烧瓶,加入丙酮(21.2.1)约 5 mL ,在水浴上缓缓转动蒸出丙酮,再重复操作数次,直至烧瓶口处无明显湿痕出现为止。然后置 $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 烘箱(21.3.5)中干燥至恒重,第一次加热 4 h ,以后每次 1 h ,于干燥器内冷却后称量,直至连续两次称量差不大 0.003 g 。

21.5 结果计算

洗涤剂中干钠皂含量以质量分数 X 表示,按式(26)计算:

$$X = \frac{m_1 - (V \times c \times 0.016)}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (26)$$

式中：

m_1 ——干钾皂的质量，单位为克(g)；

V ——中和时耗用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c ——所用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.016——试验中以克表示的钾、钠原子的毫摩尔质量之差(即 0.039~0.023)，单位为克每毫摩尔(g/mmol)；

m_0 ——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整数位作为测定结果。

21.6 精密度

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 0.4%，以大于 0.4% 的情况不超过 5% 为前提。

22 洗涤剂高低温稳定性的测定

对于膏体洗涤剂，将样品开封后，立即将样品分别倒入大小适合的带盖玻璃瓶中，样品量大约为玻璃瓶体积的三分之二。盖紧瓶盖后将玻璃瓶分别置于已设定好测试温度下的保温箱(冰箱或高温)中，放置规定的时间后取出，静置恢复至室温后观察。测定中同时保留一份原样，用于对比观察。

对于液体洗涤剂，量取适量样品，同上进行测定。

23 洗涤剂气味的测定

取适量试样用嗅觉进行鉴别。

24 洗涤剂色泽与外观的测定

在非直射光条件下，直接目测观察。需要时，液体或膏状产品可以取出适量样品置于方便观测的无色洁净透明容器中观察；粉状产品可以倒在白纸上观察，如有结团，但用手轻压结团即松散，视为合格。

25 试验结果报告要求

试验结果报告应包括以下内容：

- a) 所用测定方法(本标准编号的引用)；
- b) 结果和所用的表示方法；
- c) 测定过程中出现的任何异常现象；
- d) 本标准未包括的任何操作或自选操作；
- e) 试验日期及环境条件；
- f) 其他需要说明的事项。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与采用的 ISO 标准相比的结构变化情况

本标准与采用的 ISO 607:1980、ISO 697:1981、ISO 4313:1976、ISO 4321:1977、ISO 4325:1990、ISO 21264:2019 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与采用的 ISO 标准章条编号对照情况

本标准章条编号	对应的 ISO 标准章条编号
1	—
2	—
3.1	—
3.2	—
3.3	ISO 607:1980 的 3.1
3.4	ISO 607:1980 的 3.2
3.5	ISO 607:1980 的 3.3
3.6	ISO 607:1980 的 3.4
3.7	ISO 607:1980 的 3.5
3.8	ISO 607:1980 的 3.6
3.9	ISO 607:1980 的 3.7
3.10	ISO 607:1980 的 3.8
3.11	—
3.12	—
3.13	—
3.14	—
3.15	—
3.16	—
4.1	ISO 607:1980 的第 1 章、第 4 章
—	ISO 607:1980 的第 2 章
4.2.1	ISO 607:1980 的 5.1
4.2.2	ISO 607:1980 的 5.2
4.2.3	ISO 607:1980 的 5.3
4.2.4	—
4.3	ISO 607:1980 的第 6 章
5	—
—	ISO 4313:1976 的第 1 章
—	ISO 4313:1976 的第 2 章

表 A.1 (续)

本标准章条编号	对应的 ISO 标准章条编号
6.1.1	ISO 4313:1976 的第 3 章
6.1.2	ISO 4313:1976 的第 4 章
6.1.3	ISO 4313:1976 的第 5 章
—	ISO 4313:1976 的第 6 章
6.1.4	ISO 4313:1976 的第 7 章
6.1.5	ISO 4313:1976 的 8.1
6.1.6	ISO 4313:1976 的 8.2
6.2	—
7	—
8	—
9	—
10	—
11	—
—	ISO 4325:1990 的第 1 章
—	ISO 4325:1990 的第 2 章
12.1	ISO 4325:1990 的第 3 章
12.2	ISO 4325:1990 的第 4 章
12.3.1	ISO 4325:1990 的 5.1
12.3.2	ISO 4325:1990 的 5.2
—	ISO 4325:1990 的第 6 章
12.4	ISO 4325:1990 的第 7 章
12.5	ISO 4325:1990 的 8.1
12.6	ISO 4325:1990 的 8.2
13.1	ISO 697:1981 的引言
—	ISO 697:1981 的第 1 章
13.1	ISO 697:1981 的第 2 章
—	ISO 697:1981 的第 3 章
3.15	ISO 697:1981 的第 4 章
13.1	ISO 697:1981 的第 5 章
13.2	ISO 697:1981 的第 6 章
—	ISO 697:1981 的第 7 章
13.3	ISO 697:1981 的第 8 章
13.4	ISO 697:1981 的 9.1
13.5	ISO 697:1981 的 9.2

表 A.1 (续)

本标准章条编号	对应的 ISO 标准章条编号
14	—
15	—
—	ISO 4321:1977 的第 1 章
16.1	ISO 4321:1977 的第 2 章、第 4 章
—	ISO 4321:1977 的第 3 章
16.2	ISO 4321:1977 的第 5 章
16.3	ISO 4321:1977 的第 6 章
—	ISO 4321:1977 的第 7 章
16.4	ISO 4321:1977 的第 8 章
16.5	ISO 4321:1977 的 9.1
16.6	ISO 4321:1977 的 9.2、9.3
17	—
—	ISO 21264:2019 的第 1 章
—	ISO 21264:2019 的第 2 章
—	ISO 21264:2019 的第 3 章
18.1	ISO 21264:2019 的第 4 章
18.2	ISO 21264:2019 的第 5 章
18.3	ISO 21264:2019 的第 6 章
18.4	ISO 21264:2019 的第 7 章、附录 A
18.5	ISO 21264:2019 的第 8 章
—	ISO 21264:2019 的附录 C
19	—
20	—
21	—
22	—
23	—
24	—
25	ISO 607:1980 的第 7 章、ISO 697:1981 的第 10 章、 ISO 4313:1976 的第 9 章、ISO 4321:1977 的第 10 章、 ISO 4325:1990 的第 9 章、ISO 21264:2019 的第 9 章
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	ISO 21264:2019 的附录 B

附录 B
(资料性附录)

本标准与采用的 ISO 标准的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 607:1980、ISO 697:1981、ISO 4313:1976、ISO 4321:1977、ISO 4325:1990 及 ISO 21264:2019 的技术性差异及其原因。

表 B.1 本标准与采用的 ISO 标准技术性差异及其原因

本标准 章条编号	ISO 标准章条编号	技术性差异	原因
1	—	增加了标准适用范围	根据我国试验情况,扩大了适用范围
2	—	增加了规范性引用文件	按照我国实际情况编写
3.1、3.2	—	增加了部分术语和定义	规范概念
3.11~3.16	—	增加了部分术语和定义	规范概念
4.2.1	ISO 607:1980 的 5.1.2、 5.1.3	对于粉状产品的分样采用锥形 分样器制备分样,未采用回转分 样器制备分样	采用 ISO 标准的锥形分样器制备分样 即可满足试验需要
4.2.4	ISO 607:1980	增加了块状样品的分样方法	增强标准的适用性
5	—	增加了粉状洗涤剂颗粒度的 测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验 方法
6.1.4.1	ISO 4313:1976 的 7.1	针对样品中五氧化二磷含量的 高低规定试样的大小	有利于减小试验误差
6.1.4.2 第一段	ISO 4313:1976 的 7.2	增加了乙醇萃取的具体过程	ISO 标准中现将样品配成水溶液,但因 泡沫太多难以过滤,故改为先用乙醇萃 取,过滤去除活性物再进行测定
6.1.4.2 第二段	ISO 4313:1976 的 7.2	减少了硝酸加入量,延长了煮沸 时间	ISO 标准中加入硝酸偏多,经试验比对, 硝酸加入量减半,煮沸时间延长 10 min, 可保证试验效果
6.1.4.2 第三段	ISO 4313:1976 的 7.2	降低了玻璃坩埚的干燥温度,缩 短了加热时间	ISO 标准中规定干燥沉淀在 $(260 \pm 20)^\circ\text{C}$ 下,加热 1 h,但玻璃坩埚在此温度下易 破裂,故本标准改为 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$,加热 45 min,实验证明效果相同
6.2	—	增加了总五氧化二磷测定磷钼 蓝比色法	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验 方法
7	—	增加了总活性物含量的测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验 方法

表 B.1 (续)

本标准 章条编号	ISO 标准章条编号	技术性差异	原因
8	—	增加了非离子表面活性剂含量的测定(离子交换法)	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
9	—	增加了各种磷酸盐的分离测定(离子交换柱色谱法)	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
10	—	增加了甲苯磺酸盐含量的测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
11	—	增加了发泡力的测定(Ross-Miles 法)	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
12.4.1	ISO 4325:1990 的 8.2	增加了试样在测试前进行溶液配制的过程	与 ISO 标准直接称样测定不同,增加溶液配制过程有利于对不同配方的具体产品进行测定
13.3.2	ISO 697:1981 的 8.2	修改为按 4.2.1 制备试样	4.2.1 为修改采用 ISO 607:1980 的锥形分样器部分
14	—	增加了粉状洗涤剂白度的测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
15	—	增加了水分及挥发物含量的测定(烘箱法)	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
16.4 第三段	ISO 4321:1977 的 8.2	修改了移液管移取溶液的量	移取 100 mL 即可满足试验要求
17	—	增加了 4A 沸石含量的测定(滴定法)	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
18.4.3.1	ISO 21264:2019 的 7.3.1、 附录 A	增加了典型样品示例图	方便标准使用者参考
18.5.2	ISO 21264:2019 的 8.2	增加了对于试验结果为检出的试样,可以参考附录 C 的方法予以确认	ISO 标准正文中未提及附录 C,本标准明确附录 C 的应用方式
18.5.3	ISO 21264:2019	删除 ISO 标准的附录 C	根据附录 C 数据,将有关数值引入标准中
19	—	增加了有效氯的测定(滴定法)	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
20	—	增加了游离碱的测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
21	—	增加了干钠皂含量的测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法

表 B.1 (续)

本标准 章条编号	ISO 标准章条编号	技术性差异	原因
22	—	增加了高低温稳定性的测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
23	—	增加了气味的测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法
24	—	增加了色泽与外观的测定	按照我国洗涤剂产品情况,增加试验方法

附 录 C
(资料性附录)
烷基酚聚氧乙烯醚鉴定试验

C.1 初步评价

除高效液相色谱法(HPLC)可以很好地检测出烷基酚聚氧乙烯醚样品之外,液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)也可以准确地检测出烷基酚聚氧乙烯醚样品,本方法可以提高分析灵敏度和检测限。这两种方法可以互相确认,进行方法比对在分析低含量物质时非常重要。

C.2 液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)条件

C.2.1 液相条件

色谱柱:色谱柱 ACQUITY UPLC®BEH, 50 mm×2.1 mm(内径)或柱效相当的色谱柱。

固定相: C_{18} 反相, 1.7 μm 。

洗脱液:乙腈+水(75+25, 体积比)。

流速:0.3 mL/min。

柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 。

进样量:5.0 μL 。

C.2.2 质谱条件

检测器:三重串联四级杆质谱仪。

电离方式:电喷雾电离(ESI)。

离子喷雾电压:30 kV。

扫描模式:多反应监测(MRM), 正离子模式。

雾化气:氮气。

惰性气体:氩气。

离子源温度:110 $^{\circ}\text{C}$ 。

干燥气温度:380 $^{\circ}\text{C}$ 。

干燥气流速:8.0 L/min。

锥孔气流速:50 L/min。

原子质量范围:100 amu~1 200 amu。

选择离子监测:1 级, 单离子监测扫描(SIM)或提取离子色谱图(EIC)模式。

C.3 被选离子的鉴定和定量评估

对被选离子的鉴定和定量评估见表 C.1。

表 C.1 对被选离子的鉴定和定量评估

离子模式	分析物	Rt 值 min	多反应监测 (MRM)	锥孔气电压 V	碰撞能量 V
(+)	OP ₃ EO	2.01	361.5>249	45	30
(+)	OP ₄ EO	1.97	405.5>293.1	45	35
(+)	OP ₅ EO	1.94	449.5>337.2	45	35
(+)	OP ₆ EO	1.91	493.5>420.8	45	40
(+)	OP ₇ EO	1.77	537.5>465	45	45
(+)	OP ₈ EO	1.8	581.9>508.9	45	50
(+)	OP ₉ EO	1.72	625.7>375.0	45	55
(+)	OP ₁₀ EO	1.65	669.5>597.1	45	60
(+)	OP ₁₁ EO	1.61	713.5>641.5	45	60
(+)	OP ₁₂ EO	1.61	757.6>685.6	45	60
(+)	OP ₁₃ EO	1.54	801.5>729.7	45	65
(+)	OP ₁₄ EO	1.56	845.6>773.7	45	65
(+)	OP ₁₅ EO	1.48	889.6>817.1	45	70
(+)	OP ₁₆ EO	1.48	933.8>699.6	45	70
(+)	OP ₁₇ EO	1.48	977.5>905.7	45	70
(+)	NP ₃ EO	2.42	375.5>155.1	45	25
(+)	NP ₄ EO	2.39	419.6>293.1	45	30
(+)	NP ₅ EO	2.25	463.6>337.1	45	40
(+)	NP ₆ EO	2.25	507.6>421.1	45	40
(+)	NP ₇ EO	2.15	551.6>465.7	45	45
(+)	NP ₈ EO	2.15	595.6>509.6	45	50
(+)	NP ₉ EO	2.08	639.6>553.6	45	55
(+)	NP ₁₀ EO	2.04	683.7>597.7	45	55
(+)	NP ₁₁ EO	1.96	727.7>641.2	45	55
(+)	NP ₁₂ EO	1.94	772.1>685.5	45	60
(+)	NP ₁₃ EO	1.94	816.0>729.7	45	60
(+)	NP ₁₄ EO	1.94	860.1>773.7	45	60
(+)	NP ₁₅ EO	1.89	903.5>817.4	45	65
(+)	NP ₁₆ EO	1.80	947.7>861.7	45	70
(+)	NP ₁₇ EO	1.82	991.8>905.6	45	75