



中华人民共和国国家标准

GB/T 6366—2012
代替 GB/T 6366—1992

表面活性剂 无机硫酸盐含量的测定 滴定法

Surface active agents—Determination of mineral sulfate content—
Titrimetric method

(ISO 6844:1983, MOD)

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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 6366—1992《表面活性剂 无机硫酸盐含量的测定 滴定法》，与 GB/T 6366—1992 相比，主要变化如下：

- 增加了前言；
- 提高了采标程度为修改采用；
- 增加了“采样”(见第 6 章)；
- 增加了“精密度”(见 8.2)；
- 增加了“试验报告”(见第 9 章)；
- 增加了资料性附录 A。

本标准使用重新起草法修改采用国际标准 ISO 6844:1983《表面活性剂 无机硫酸盐含量的测定 滴定法》。

本标准与 ISO 6844:1983 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本标准与 ISO 6844:1983 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 6844:1983 的技术性差异及其原因如下：

- 关于规范性引用文件，本标准作了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，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：
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 6372—2006 代替了 ISO 607(见第 6 章)；
 - 增加引用了 GB/T 601—2002 和 HG/T 3470—2000(见 4.7)；
 - 增加引用了 GB/T 626—2006(见 4.3)；
 - 增加引用了 GB/T 629—1997(见 4.4)；
 - 增加引用了 GB/T 686—2008(见 4.2)；
 - 增加引用了 GB/T 6682—2008(见 4.1)；
 - 删除 ISO 385-2、ISO 648、ISO 835-2、ISO 1042。
- 增加表 3，为了确保试验结果的准确性和可重复性，对颜色深的样品溶液吸取量加以规定。
- 增加式(2)，经过试验验证对颜色深的样品采用式(2)更适宜。
- 试验报告表述有差异，更适合我国化工行业的常用表述方式。

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：绍兴国泰助剂厂、浙江皇马化工集团有限公司。

本标准主要起草人：邵国标、庄永斌、赵兴军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6366—1986、GB/T 6366—1992。

表面活性剂 无机硫酸盐含量的测定 滴定法

1 范围

本标准规定了表面活性剂中无机硫酸盐含量的测定方法。

本标准适用于含有硫酸钠、硫酸铵、烧醇胺、硫酸盐的阴离子表面活性剂。

本标准不适用于含有在试验条件下会生成微溶铅盐的其他化合物,如磷酸盐或多量氯化物的产品,也不适用于会妨碍调节 pH 的含有多量弱酸盐(例如:肥皂或丁二酸单酯磺酸盐)的产品。

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 626—2006 化学试剂 硝酸

GB/T 629—1997 化学试剂 氢氧化钠(ISO 6353-2:1983,MOD)

GB/T 686—2008 化学试剂 丙酮

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

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

HG/T 3470—2000 化学试剂 硝酸铅

3 原理

本滴定法以双硫脲作指示剂,用硝酸铅标准溶液滴定试样的缓冲丙酮溶液。

4 试剂和材料

4.1 试验用水

符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水要求。

4.2 丙酮

符合 GB/T 686—2008 的技术要求。

4.3 硝酸

符合 GB/T 626—2006 的技术要求。1 mol 硝酸溶解于 1 L 水中,备用。

4.4 氢氧化钠溶液

符合 GB/T 629—1997 的技术要求。40 g 氢氧化钠溶解于 1 L 水中,备用。

4.5 1,5-二苯基硫巴腓(双硫腓)($C_6H_5 \cdot NH \cdot NHCSH_2NC_6H_5$)溶液

0.5 g/L 丙酮溶液,双硫腓丙酮溶液配制后应贮存在棕色瓶中,3~5 天后应重新配制。

4.6 二氯乙酸铵缓冲溶液

加 67 mL 二氯乙酸至约 250 mL 水中用 pH 计或精密试纸,以 18%(质量分数)氨溶液小心中和(约 80 mL)至 $pH=7$ 。待冷却后,再加入 33 mL 二氯乙酸并用水稀释到 600 mL,此时溶液 pH 为 1.5~1.6。该溶液在 70%~85%(体积分数)丙酮介质中 pH 应为 3.9~4.3。

4.7 硝酸铅

符合 HG/T 3470—2000 的技术要求。 $c[Pb(NO_3)_2]=0.010\ 0\ mol/L$,按照 GB/T 601—2002 配制和标定。

5 仪器

5.1 烧杯

容量为 50 mL。

5.2 容量瓶

容量为 50 mL、100 mL。

5.3 锥形瓶

容量为 250 mL。

5.4 单刻度移液管

容量为 5 mL、10 mL、15 mL、20 mL。

5.5 刻度移液管

容量为 1 mL、2 mL。

5.6 棕色酸式滴定管

容量为 10 mL、25 mL。

5.7 量筒

容量为 25 mL、100 mL。

6 采样

按 GB/T 6372—2006 的规定采样、制备和储存试样。

7 测定

对于无色及颜色较浅的表面活性剂,根据预计的硫酸钠含量称取表 1 中规定的试样量(精确至 0.001 g)于烧杯中。

表 1 测定试样称取量

试样中预计的硫酸钠含量/%	试样质量/g
<0.5	10~14
0.5~6	5
>6	<5
注：若试样的硫酸钠含量大于6%时，称取的试样质量中应含0.1 g~0.3 g 硫酸钠。	

用约 50 mL 温水(不超过 50 ℃)溶解试样，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀，备用。按照表 2 中列出的预计硫酸钠含量用移液管分别移取相应的体积。

表 2 预计硫酸钠含量移取相应的液体体积量

预计的硫酸钠含量/%	吸取体积/mL
>3	5
1.5~3	10
0.5~1.5	15
<0.5	20

对颜色较深的表面活性剂，根据预计的硫酸钠含量，称取表 3 中规定的试样(精确至 0.001 g)按上述溶解试样方法稀释至 500 mL 摇匀，然后用移液管移取相应的体积。

表 3 颜色较深的样品的溶液吸取体积量

预计的硫酸钠含量/%	试样质量/g	吸取体积/mL
≤10	3	20
>10	<3	20
注：若试样硫酸钠含量大于10%时，称取的试样质量中应含0.2 g~0.3 g 硫酸钠。		

将按表 2(或表 3)规定吸取的试样移入锥形瓶中，加水至 20 mL。加 1 mL 双硫脲溶液。若溶液呈现绿色，逐滴加入氢氧化钠溶液至红色出现，再逐滴加入硝酸溶液至绿色出现，然后加入 2 mL 二氯乙酸铵缓冲溶液和 80 mL 丙酮。加入丙酮后立即用硝酸铅标准溶液滴定，直至溶液的绿色消失，转变为暗红色，并稳定持续 15 s，即为终点。

8 分析结果的表述

8.1 计算方法

对于无色及颜色较浅的表面活性剂，以硫酸钠表示的无机硫酸盐质量分数 w_1 按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{V_1 \times c \times 0.142 \times 10^4}{m_0 \times V_0} \quad \dots\dots\dots (1)$$

对于颜色较深的表面活性剂，以硫酸钠表示的无机硫酸盐质量分数 w_2 按式(2)计算：

$$w_2 = \frac{V_1 \times c \times 0.142 \times 5 \times 10^4}{m_0 \times V_0}$$

.....(2)

式中：

- V_1

——滴定耗用的硝酸铅溶液体积,单位为毫升(mL)；
- c

——硝酸铅标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- 0.142

——与 1.00 mL 硝酸铅标准溶液{ $c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]=1.000\text{ mol/L}$ }相当的,以克表示的硫酸钠的质量；
- m_0

——试样的质量,单位为克(g)；
- V_0

——测定时移取的体积,单位为毫升(mL)。

8.2 精密度

在不同实验室比较分析了无机硫酸钠含量(质量分数)分别约为 0.15%和 1.15%的两个十二烷基醚硫酸铵样品,所得统计结果见表 4。

表 4 精密度

无机硫酸钠含量的平均值	0.16%	1.10%
重复性标准差 s_r	0.02	0.04
再现性标准差 s_R	0.04	0.16

9 试验报告

试验报告包括以下内容：

- 完全鉴别样品所需的全部资料；
- 本标准所引用的标准及方法；
- 测量的介质；
- 结果及表示单位；
- 测定时所注意的异常现象；
- 本标准未规定或任选的所有操作。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 6844:1983 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 6844:1983 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 ISO 6844:1983 的章条编号对照情况

本标准章条编号	对应的 ISO 章条编号
1	1、2
2	3
3	4
4.1	5 的悬置段
4.2	5.1
4.3	5.2
4.4	5.3
4.5	5.6
4.6	5.5
4.7	5.4
5	6
6	7
7	8
8.1	9.1
8.2	9.2
9	10