



中华人民共和国国家标准

GB/T 28191—2011

表面活性剂 洗涤剂 对酸解稳定的 阴离子活性物 痕量的测定

Surface active agents—Detergents—Anionic-active matter stable to
acid hydrolysis—Determination of trace amounts

(ISO 2868:1973, MOD)

2011-12-30 发布

2012-09-01 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。

本标准采用重新起草法修改采用 ISO 2868:1973《表面活性剂 洗涤剂 对酸解稳定的阴离子活性物 痕量的测定》。

本标准与 ISO 2868:1973 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面空白位置的垂直单线(|)进行了标识,附录 A 给出了相应技术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:中国日用化学工业研究院、山东胜通集团股份有限公司、表面活性剂和洗涤剂行业生产力促进中心。

本标准主要起草人:姚晨之、李晓辉、胡芳华、周炳阳。

表面活性剂 洗涤剂 对酸解稳定的 阴离子活性物 痕量的测定

1 范围

本标准规定了存在过量酸回流条件下阴离子活性物水解后,测定洗涤剂中的少量稳定阴离子活性物的方法。

本标准适用于测定烷基酚醚硫酸盐中的环状磺酸盐,脂肪醇醚硫酸盐和硫酸化脂肪醇中的少量磺酸盐。

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 5173 表面活性剂和洗涤剂 阴离子活性物的测定 直接两相滴定法(GB/T 5173—1995, ISO 2271:1989, MOD)

3 原理

阴离子活性物在酸性条件下回流水解。

水和三氯甲烷的两相介质中,在酸性混合指示剂存在的情况下,用氯化苄苏鎓(一种阳离子表面活性剂)滴定,测定阴离子活性物含量。

4 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蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

- 4.1 硫酸溶液, $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=2\text{ mol/L}$ 。
- 4.2 酚酞-乙醇溶液, $c(\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4)=10\text{ g/L}$ 。
- 4.3 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH})=10\text{ mol/L}$ 。
- 4.4 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$ 。
- 4.5 三氯甲烷, $\rho_{20}=1.48\text{ g/mL}$, 馏程 $59.5\text{ }^\circ\text{C}\sim 61.5\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 4.6 酸性混合指示剂,按 GB/T 5173 配制及标定。
- 4.7 氯化苄苏鎓(海明 1622)标准溶液, $c(\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2\cdot\text{H}_2\text{O})=0.004\text{ mol/L}$,按 GB/T 5173 配制及标定。

注: GB/T 5173 中列出的其他试剂在活性物滴定过程中会被用到。

5 仪器

- 5.1 锥形瓶, 250 mL, 配有锥形磨口玻璃接头。

5.2 回流冷凝器,水冷式,底部有锥型磨口玻璃接头。

5.3 微量滴定管,2 mL 或 5 mL。

6 测定步骤

6.1 试验份

称取含有 0.5 g~2.0 g 待水解阴离子活性物的样品,准确至 0.001 g,置于锥形瓶(5.1)中。

6.2 测定

6.2.1 移取 25.0 mL 硫酸溶液(4.1)至试验份中,再加少许防暴沸的颗粒。

6.2.2 将锥形瓶接于干净的回流冷凝器(5.2),沸水浴加热并回流 3 h。然后,移去热源,冷却至室温,用不少于 5 mL 的水从上向下洗涤回流冷凝器,拆开锥形瓶,用少许水冲洗玻璃磨口接头,洗涤水收集于锥形瓶中。

6.2.3 滴加 1 滴~2 滴酚酞-乙醇溶液(4.2),并用约 3 mL 的 10 mol/L 氢氧化钠溶液(4.3)中和。然后改用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.4)逐滴加入至粉红色刚刚出现,30 s 不消失。

6.2.4 加入 15 mL 三氯甲烷(4.5)和 10 mL 酸性混合指示剂(4.6)至锥形瓶,塞上瓶塞,充分摇动,按 GB/T 5173 所述以氯化苄苏鎇标准溶液(4.7)滴定,记录滴定体积。

7 结果的表示

7.1 计算

不可水解阴离子活性物的含量(X)以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{V \times T \times M}{10m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

不可水解阴离子活性物的含量(Y)以毫摩尔每克表示,按式(2)计算:

$$Y = \frac{V \times T}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V——用于滴定的氯化苄苏鎇溶液体积,单位为毫升(mL);

T——氯化苄苏鎇溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M——不可水解阴离子活性物的相对分子质量;

m——试样份的质量,单位为克(g)。

7.2 重复性

对同一样品,由同一分析者用同一分析仪器同时或相继两次测定:

- a) 当所得结果 $\geq 1\%$ 时,相对误差不超过 2%;
- b) 当所得结果 $< 1\%$ 时,绝对误差不超过 0.02%。

7.3 再现性

对同一样品,在两个不同的实验室中测定:

- a) 当所得结果 $\geq 1\%$ 时,相对误差不超过 4%;
- b) 当所得结果 $< 1\%$ 时,绝对误差不超过 0.04%。

8 试验报告

试验报告应包括下列各项：

- a) 样品测试过程中必须的数据信息；
- b) 本标准使用的参考方法；
- c) 试验结果；
- d) 本标准中或规范性引用文件中未包括的或任选的任何操作，以及影响试验结果的异常情况。

附录 A

(资料性附录)

本标准与 ISO 2868:1973 的技术性差异及信息

表 A.1 给出了本标准与 ISO 2868:1973 的技术性差异及信息。

表 A.1 本标准与 ISO 2868:1973 的技术性差异及信息一览表

本标准章 条编号	本标准各章条内容	ISO 章条 编号	对应的 ISO 各章条内容	原 因
1	本方法适用于测定脂肪醇醚硫酸盐和硫酸化脂肪醇中的少量磺酸盐,以及烷基酚醚硫酸盐中的环状磺酸盐	2	本方法适用于测定烷基酚醚硫酸盐中的环状磺酸盐,和硫酸化脂肪醇中的少量磺酸盐	经试验本标准方法也适用于测定脂肪醇醚硫酸盐
2	GB/T 5173 表面活性剂和洗涤剂 阴离子活性物的测定 直接两相滴定法	3	ISO 2271 表面活性剂 洗涤剂 阴离子活性物的测定 直接两相滴定法	GB/T 5173—1995 为等效采用国际标准 ISO 2271:1989
5.3	微量滴定管,2 mL 或 5 mL	—	—	不可水解阴离子活性物含量很低,原 ISO 标准未作规定
6.2.3	滴加 1 滴~2 滴酚酞-乙醇溶液(4.2),并用约 3 mL 的 10 mol/L 氢氧化钠溶液(4.3)中和。然后改用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.4)逐滴加入至粉红色刚刚出现,30 s 不消失	7.2	加入乙醇以除去中和时生成的大部分无机盐。过滤沉淀的盐,并蒸发滤液至干,以除去乙醇。加水至锥形瓶的残余物中,然后加 15 mL 三氯甲烷和 10 mL 混合指示剂溶液,用玻璃塞塞住锥形瓶,并充分摇动	经过对照试验证实,无论采用滤除无机盐步骤还是没有滤除无机盐步骤,试验结果一致
7.2	对同一样品,由同一分析者用同一分析仪器同时或相继两次测定: a) 当所得结果 $\geq 1\%$ 时,相对误差不超过 2%; b) 当所得结果 $< 1\%$ 时,绝对误差不超过 0.02%	8.2	对同一样品,由同一分析者用同一分析仪器同时或相继两次测定,所得结果之差应不超过平均值的 2%	在水解后的阴离子活性物含量很低时,试验的相对误差难以达到 2%要求
7.3	对同一样品,在两个不同的实验室中测定: a) 当所得结果 $\geq 1\%$ 时,相对误差不超过 4%; b) 当所得结果 $< 1\%$ 时,绝对误差不超过 0.04%	8.3	对同一样品,在两个不同的实验室中,所得结果之差应不超过平均值的 4%	在水解后的阴离子活性物含量很低时,试验的相对误差难以达到 4%要求