



中华人民共和国国家标准

GB/T 17041—2012
代替 GB/T 17041—1997

表面活性剂 乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐 活性物质总含量的测定

Surface active agents—Sulfated ethoxylated alcohols and alkylphenols—
Determination of total active matter content

(ISO 6842:1989, 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 17041—1997《表面活性剂 乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐 活性物质总含量的测定》，与 GB/T 17041—1997 相比，主要变化如下：

- 删除了 ISO 前言；
- 降低了采标程度为修改采用。

本标准使用重新起草法修改采用国际标准 ISO 6842:1989《表面活性剂 乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐 活性物质总含量的测定》。

本标准与 ISO 6842:1989 的技术性差异及其原因为：关于规范性引用文件，本标准做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 ISO 607:1980(见第 6 章)；
- 增加引用了 GB/T 601—2002(见 4.5)；
- 增加引用了 GB/T 678—2002(见 4.1)；
- 增加引用了 GB/T 686—2008(见 4.4)；
- 增加引用了 GB/T 9853—2008(见 4.3)；
- 增加引用了 GB/T 16983—1997(见 4.2)；
- 增加引用了 HG/T 3440—1999(见 4.6)。

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)界面活性剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 8)归口。

本标准起草单位：上海天坛助剂有限公司、浙江皇马科技股份有限公司。

本标准主要起草人：钟仁标、傅瑞芳、庄永斌、唐福伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17041—1997。

表面活性剂

乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐

活性物质总含量的测定

1 范围

本标准规定了测定乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐中活性物质总含量的试验方法。

本标准适用于乙氧基化醇和烷基酚的硫酸化中和产品〔烷基醇氧乙烯醚硫酸盐(乙氧基化醇硫酸盐)〕或烷基酚氧乙烯醚硫酸盐(乙氧基化烷基酚硫酸盐)中活性物质总含量的测定。

总活性物质包括溶解于乙醇的有机物(烷基醚硫酸盐、烷基酚醚硫酸盐、聚乙二醇硫酸盐和非离子组分)。

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 678—2002 化学试剂 乙醇(无水乙醇)

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 9853—2008 化学试剂 无水硫酸钠

GB/T 16983—1997 化学试剂 二氯甲烷(ISO 6353-3:1987, MOD)

HG/T 3440—1999 化学试剂 铬酸钾

3 原理

在硫酸钠存在下将试样的乙醇溶液沸腾回流、过滤、蒸发滤液后称量残留物。将残留物溶解于丙酮溶液中,用硝酸银标准滴定溶液滴定,测定其中的氯化钠。用氯化钠含量校正残留物的质量。

4 试剂

4.1 无水乙醇

符合 GB/T 678—2002 的技术要求。

4.2 二氯甲烷

符合 GB/T 16983—1997 的技术要求。

4.3 无水硫酸钠

符合 GB/T 9853—2008 的技术要求。

4.4 丙酮溶液

符合 GB/T 686—2008 的技术要求。50 mL 丙酮溶解于 50 mL 水中,备用。

4.5 硝酸银标准滴定溶液

按 GB/T 601—2002 规定的方法配制与标定, $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.6 铬酸钾

符合 HG/T 3440—1999 的技术要求,100 g/L 指示剂溶液。

5 仪器

5.1 磨口锥形瓶

容量为 250 mL。

5.2 旋转蒸发器

配有 250 mL 圆底烧瓶。

5.3 冷凝管

与锥形瓶相匹配。

6 采样

按照 GB/T 6372—2006 规定采样、制备和储存试样。

7 测定

7.1 试样

从实验室样品(必要时加入已知的适量水使之均匀化)称取含 0.5 g~1.5 g 总活性物质的均匀试样(精确至 0.001 g),置于磨口锥形瓶中。

7.2 测定

加入 100 mL 无水乙醇和 100 mg 无水硫酸钠至盛有试样的磨口锥形瓶中,装上冷凝管沸腾回流 30 min。

取下冷凝管,用无水乙醇冲洗冷凝管内壁和磨口锥形瓶颈部,收集洗涤液于磨口锥形瓶中,使其澄清。

将磨口锥形瓶中的溶液趁热通过快速滤纸滤入经预先干燥并称量(精确至 0.001 g)的圆底烧瓶中,用 50 mL 热无水乙醇洗涤磨口锥形瓶,过滤洗涤液至圆底烧瓶中。

将圆底烧瓶装在旋转蒸发器上,保持温度 40 ℃左右,用旋转蒸发器蒸发乙醇。然后加入 10 mL 二氯甲烷并蒸发,再加入二氯甲烷重复此步骤,再将烧瓶装在旋转蒸发器上继续蒸发 15 min,除去最后的痕量水。

从旋转蒸发器上取下烧瓶,移入干燥器中放置 15 min,将烧瓶和残留物称重。

将烧瓶再装在旋转蒸发器上蒸发 15 min,然后移入干燥器中放置 15 min,再将烧瓶和残留物称量。重复干燥和称量步骤直至两次连续称量之差不超过 0.003 g。

用 60 mL~80 mL 丙酮溶液溶解残留物,加入 1 mL 铬酸钾指示剂溶液,用硝酸银标准滴定溶液滴定至棕色不变。

7.3 空白试验

在测定试样的同时,用相同试剂,按照同样的测定步骤,不加试样进行平行操作。

8 结果的表述

8.1 计算

活性物质总含量(w)用质量分数表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 - 0.058\ 5c(V_1 - V_0)}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——残留物的质量,单位为克(g);
- 0.058 5 ——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000\ \text{mol/L}$] 相当的,以克表示的氯化钠质量;
- c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——测定残留物中氯化钠耗用硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验耗用硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

8.2 精密度

在 15 个实验室进行比较分析,得到的如下统计结果:

- 平均值[总活性物质,%(质量分数)]:58.67;
- 重复性标准偏差, σ_r :0.33;
- 再现性标准偏差, σ_R :0.94。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 完成鉴别试样的全部资料;
- 使用的方法(包括本标准中的引用标准);
- 结果和单位的表示方法;
- 本标准或引用标准中未规定的或任选的任何操作细节,以及会影响结果的情况。