



中华人民共和国国家标准

GB/T 38729—2020

表面活性剂 工业伯烷基硫酸钠试验方法

Surface active agents—Test methods of technical sodium primary alkylsulphates

(ISO 894:1977, Surface active agents—Technical sodium primary alkylsulphates—Methods of analysis, MOD)

2020-04-28 发布

2020-11-01 实施



国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
表面活性剂
工业伯烷基硫酸钠试验方法
GB/T 38729—2020

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 20 千字
2020年4月第一版 2020年4月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-64633 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 894:1977《表面活性剂 工业伯烷基硫酸钠 分析方法》。

本标准与 ISO 894:1977 相比结构调整如下：

- 第 1 章对应 ISO 894:1977 的第 1 章、第 2 章；
- 第 2 章对应 ISO 894:1977 的第 3 章；
- 增加了第 3 章“术语和定义”；
- 删除了 ISO 894:1977 的第 4 章、第 5 章；
- 第 4 章对应 ISO 894:1977 的 6.1；
- 第 5 章对应 ISO 894:1977 的 6.2；
- 第 6 章对应 ISO 894:1977 的 6.3；
- 第 7 章对应 ISO 894:1977 的 6.4；
- 第 8 章对应 ISO 894:1977 的 6.5，并将试验内容调整为附录 A；
- 第 9 章对应 ISO 894:1977 的 6.6，并将试验内容调整为附录 B；
- 第 10 章对应 ISO 894:1977 的 6.7；
- 第 11 章对应 ISO 894:1977 的 6.8；
- 第 12 章对应 ISO 894:1977 的第 7 章；
- 附录 C 对应 ISO 894:1977 的附录。

本标准与 ISO 894:1977 的技术性差异及其原因如下：

- 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：
 - 增加引用了 GB/T 3050(见第 11 章)、GB/T 6682(见 A.2 和 B.2)、GB/T 8447—2008(见 A.4.2.3)和 QB/T 2739—2005(见 A.2.6)；
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 6365 代替了 ISO 4314(见第 6 章)；
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 7378 代替了 ISO 4315(见第 7 章)；
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 6368 代替了 ISO 4316(见第 4 章)；
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 11275 代替了 ISO 4317(见第 5 章)；
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 6366 代替了 ISO 6844(见第 10 章)；
 - 删除了 ISO 607、ISO 2877 和 ISO 4318；
- 为便于标准的使用，增加了第 3 章“术语和定义”；
- 因试验过程中未使用，删除了 ISO 894:1977 第 4 章取样的要求；
- 因内容重复，删除了 ISO 894:1977 第 5 章原理的内容；
- 为适应我国的使用情况，修改了含水量的测定(见第 5 章)；
- 为适应我国的使用情况，修改了氯化钠含量的测定方法(见第 11 章)；
- 为适应我国的使用习惯及试剂规格，修改了乙醇浓度(见 A.2.2 和 B.2.2)；
- 根据我国的操作习惯，修改了烧瓶的类型(见 A.3.1 和 B.3.3)；
- 为适应我国的实际情况，试剂中增加了丙酮(见 A.2.7)；
- 为适应我国的操作习惯，量化了滴定终点(见 A.4.2.2)；
- 为适应我国的实际情况，增加了萃取次数，使两相分离更充分(见 A.4.2.3)；

- 为适应我国的实际情况,增加了具塞量筒及虹吸管进行萃取的操作方法(见 A.4.2.3);
- 为适应我国的操作习惯,调整了洗涤溶剂用量和次数(见 A.4.2.5);
- 为使操作性更强,方便试验进行,明确了操作过程温度及时间要求(见 A.4.2.6);
- 为适应我国的实际情况,删除了作图的要求(见 A.4.2.7 和 B.4.2.6);
- 为适应我国的使用习惯,省略硫酸钠,并修改了浓盐酸的描述(见 B.2.4)。

本标准还做了下列编辑性修改:

- 修改了标准名称;
- 将 ISO 894:1977 的第 1 章与第 2 章整合成第 1 章;
- 石油醚可萃取物的测定中引言内容改为注(见 A.1);
- 删除了 ISO 894:1977 中 6.8.4 对方法进行补充说明的注的内容;
- 为适应我国的操作习惯,增加了注(见 A.4.2.5);
- 修改了两次称量结果变化要求的表述(见 A.4.2.7 和 B.4.2.6);
- 为适应我国的使用习惯,修改了注(见 B.5.2)。

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)]、苏州世谱检测技术有限公司、上海开米科技有限公司、深圳市妍倩科技有限公司、蓝月亮(中国)有限公司、东莞市国中新材料研究所有限公司。

本标准主要起草人:李晓睿、姚晨之、叶竹洪、高欢泉、蔡剑波、何琼、王梅玲。

表面活性剂 工业伯烷基硫酸钠试验方法

1 范围

本标准规定了表面活性剂工业伯烷基硫酸钠的 pH 值、含水量、游离碱或游离酸、总碱度、石油醚可萃取物、酸解后的乙醚可萃取物(混合的工业脂肪醇)、硫酸钠、氯化钠含量等指标的测试方法。

本标准适用于粉状、浆状和液状(水溶液)工业伯烷基硫酸钠(不含与制备无关的任何产物)的测试和评价。

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 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法(GB/T 3050—2000, neq ISO 6227:1982)

GB/T 6365 表面活性剂 游离碱度或游离酸度的测定 滴定法(GB/T 6365—2006, ISO 4314:1977, IDT)

GB/T 6366 表面活性剂 无机硫酸盐含量的测定 滴定法(GB/T 6366—2012, ISO 6844:1983, MOD)

GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法(GB/T 6368—2008, ISO 4316:1977, IDT)

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 7378 表面活性剂 碱度的测定 滴定法(GB/T 7378—2012, ISO 4315:1977, MOD)

GB/T 8447—2008 工业直链烷基苯磺酸

GB/T 11275 表面活性剂 含水量的测定(GB/T 11275—2007, ISO 4317:1991, MOD)

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

实验室样品 laboratory sample

为了送至实验室检验或试验用制备的样品。

3.2

试验样品 test sample

由实验室样品制得,从中可直接称取试验份。

3.3

游离碱或游离酸 free alkalinity or free acidity

用酚酞作指示剂测定的碱度或酸度。

注：视情况可表示为“碱值”或“酸值”，即存在于 1 g 产品中的氢氧化钾的毫克数，或中和 1 g 产品所需的氢氧化钾毫克数。

3.4

碱度 alkalinity

表面活性剂溶液中由于各种分解反应呈现弱碱性，中和一定量的产品所消耗的盐酸，以氧化钠的质量分数表示产品的碱性程度。

4 pH 的测定

按 GB/T 6368 规定的方法，以实验室样品的 10% (质量分数) 溶液进行测定。

注：若分析的 pH 低于 7.0，试样及其所代表的批样将不稳定，因而大部分试验结果随时间而变。在此情况下，通常弃去该批样不再做进一步分析。

5 含水量的测定

按 GB/T 11275 规定的方法，根据样品中含水量的不同，用以下两方法中的一种进行测定：

- a) 卡尔·费休法，适用于含水量低于 10% 的产品。
- b) 共沸蒸馏法，仅适用于含水量大于 5% 的产品。

6 游离碱或游离酸的测定

按 GB/T 6365 规定的方法测定。

7 总碱度的测定

当样品测得 pH 的结果远大于 7，且游离碱碱度值远大于 0.3，在此情况下，建议按 GB/T 7378 规定的方法测定总碱度。

8 石油醚可萃取物的测定

石油醚可萃取物包括无硫产物以及虽含硫但水溶液中不离解的产物。按附录 A 测定。

9 酸解后乙醚可萃取物的测定(混合的工业脂肪醇)

按附录 B 测定。

10 硫酸钠含量的测定

按 GB/T 6366 规定的方法测定。

11 氯化钠含量的测定

按 GB/T 3050 规定的方法测定。

12 试验报告

试验结果报告应包括以下内容：

- a) 完全鉴别样品所需的所有资料；
- b) 所用测定方法(本标准编号)；
- c) 结果和所用的表示方法；
- d) 试验条件；
- e) 本标准未规定的或任选的任何操作细节,以及会影响结果的任何情况。

附录 A
(规范性附录)
石油醚可萃取物的测定

A.1 原理

用石油醚萃取试验份醇水溶液中的石油醚可萃取物,蒸去石油醚后,干燥,称量。产物的挥发性应予以考虑。

注:石油醚可萃取物包括未磺化(硫化)和不能磺(硫酸)化物以及虽含硫,但在水中不离解的产物。

A.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 的三级水。

A.2.1 无水硫酸钠。

A.2.2 95%乙醇溶液。

A.2.3 乙醇,50%(体积分数)溶液。

A.2.4 石油醚,沸程 30℃~60℃。蒸发残余物应不大于 0.002%(质量分数)。

A.2.5 氢氧化钠,约 0.1 mol/L 溶液。

A.2.6 酚酞,1 g/L 乙醇溶液,按 QB/T 2739—2005 中 5.1 配制。

A.2.7 丙酮。

A.3 仪器

常用实验室仪器和以下各项。

A.3.1 平底烧瓶,250 mL,带有磨口玻璃塞。

A.3.2 玻璃冷凝器,长度 300 mm。

A.3.3 分液漏斗,500 mL。

A.3.4 锥形瓶,250 mL。

A.3.5 具塞量筒,250 mL(或 300 mL),带磨砂玻璃塞。

A.3.6 虹吸管,内径 3 mm~4 mm,管端内径 1 mm~2 mm,管端弯曲朝上。

A.3.7 水浴,可控温 70℃。

A.4 试验步骤

A.4.1 试验份

称取约 4 g(称准至 0.01 g)实验室样品,于 250 mL 烧杯中。

A.4.2 测定

A.4.2.1 溶解试验份(A.4.1)于 50 mL 约 70℃热水中,溶解时用玻璃棒搅拌,然后边搅拌边加入 50 mL 乙醇溶液(A.2.2)。将溶液转移至 500 mL 分液漏斗 A(A.3.3)中。用乙醇溶液(A.2.3)将烧杯内残留物

洗涤至分液漏斗,直至总体积约 300 mL。

A.4.2.2 用酚酞(A.2.6)检查溶液是否呈弱碱性,根据需要用氢氧化钠溶液(A.2.5)调至微红并过量 1 mL,摇匀,冷却,加入 50 mL 石油醚(A.2.4),振摇 30 s,使之静置分层,必要时加入少量乙醇(A.2.2)破乳。

A.4.2.3 将下层醇水相放至第二分液漏斗 B(A.3.3)中,加入 50 mL 石油醚萃取。将下层转到第三分液漏斗 C(A.3.3),并将上层转移到第一分液漏斗 A。如此用三只分液漏斗交替萃取水相共五次。

亦可采用具塞量筒及虹吸管进行萃取操作,见 GB/T 8447—2008 中 5.2。

A.4.2.4 合并石油醚相于分液漏斗中,每次用 50 mL 乙醇溶液(A.2.3)洗涤醚相,至洗液不呈碱性(用酚酞检验)。

将洗液并入醇水溶液相,此溶液 L_1 用于测定混合的工业脂肪醇含量。

A.4.2.5 将石油醚萃取液放置干燥的锥形瓶(A.3.4)中,加入 10 g 硫酸钠(A.2.1),振摇,静置 30 min。用滤纸过滤至已恒重的平底烧瓶(A.3.1)中,用 50 mL 石油醚分 3 次~5 次洗涤锥形瓶、硫酸钠、漏斗及滤纸,洗涤液并入平底烧瓶。

注:分液漏斗中液体转移过程遵循上层从上面倒出,下层从下面流出的原则。

A.4.2.6 将冷凝器(A.3.2)与烧瓶连接,在 70 °C 水浴中加热蒸发石油醚,待溶剂基本蒸干,冷却至 30 °C,拆去冷凝器,加 3 mL 丙酮(A.2.7)于烧瓶中,再置水浴中蒸发,溶剂基本蒸干后,冷却烧瓶至约 30 °C,缓缓通入冷的干燥空气流以除去痕量溶剂。将烧瓶外壁擦干,置于干燥器中 20 min 后称量。

当含有低碳石油醚溶解物(如十二醇),尤其当有痕量水分时,颇易挥发损失,因此驱赶溶剂,特别是在吹空气流时要注意,因此,当还能察觉一些溶剂气味时,就要将烧瓶冷却至室温。

A.4.2.7 重新将烧瓶加热至约 30 °C,并吹空气流,擦干,冷却,称量。重复操作,直至相继两次称量之差不大于 1 mg。

A.5 结果表示

A.5.1 计算方法

石油醚可萃取物含量 X_1 ,以质量分数表示,按式(A.1)计算:

$$X_1 = m_1 \times \frac{100}{m_0} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_0 ——试验份(A.4.1)的质量,单位为克(g);

m_1 ——残余物的质量,单位为克(g)。

A.5.2 再现性

同一样品,在两个实验室所得结果之差不超过 1%。

附录 B

(规范性附录)

酸解后乙醚可萃取物的测定(混合的工业脂肪醇)

B.1 原理

将 A.4.2.4 中得到的醇水溶液(L_1)蒸发至原体积的 1/5,加入乙醇,蒸发至干。

将干燥残余物溶解在水中,加入盐酸后,在沸点酸解。水解完全后,用乙醚萃取全部释放出的脂肪物质。

这些脂肪物几乎包括全部混合的脂肪醇,但有时含有很少量磺基衍生物(纯磺酸盐)和脂肪酸。

注:在测定时,溶液始终保持碱性很重要。

B.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 的三级水。

B.2.1 无水硫酸钠。

B.2.2 95%乙醇溶液,以酚酞为指示剂用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调至微红色。

B.2.3 乙醚。

B.2.4 盐酸,质量分数 37%。

B.2.5 盐酸,约 1 mol/L 溶液。

B.2.6 氢氧化钠,约 0.1 mol/L 溶液。

B.3 仪器

常用实验室仪器和以下各项。

B.3.1 皂化瓶,250 mL。

B.3.2 分液漏斗,500 mL,带有磨砂玻璃塞。

B.3.3 平底烧瓶,250 mL,带磨口玻璃颈。

B.3.4 玻璃冷凝器,长度 300 mm。

B.3.5 锥形瓶,250 mL。

B.4 试验步骤

B.4.1 试验份

使用石油醚可萃取物测定(A.4.2)得到的醇水溶液 L_1 ,亦可参见附录 C。

B.4.2 测定

B.4.2.1 通过在水浴上蒸发和通入空气流,减少试验份(B.4.1)体积至原体积的约 1/5。加入 20 mL 乙醇溶液(B.2.2)并蒸发至干。

溶解残余物到 50 mL 水中。若需要,可在溶解过程中加热,用水定量转移到皂化瓶(B.3.1),将最终

体积控制在约 100 mL。在瓶中加入两个玻璃珠,然后小心加入 35 mL 盐酸溶液(B.2.4)(为了避免当蒸发至干时形成的任何碳酸盐的分解,而造成泡沫溢出带来烧瓶内容物的损失,因此必须小心。)

B.4.2.2 装上冷凝器(B.3.4)至少回流 4 h。冷却并定量转移至一个分液漏斗 A(B.3.2)。用乙醚(B.2.3)和水,小心的定量洗涤冷凝器和烧瓶,将洗涤液并入分液漏斗中的液体中。摇动,使充分混合均匀。加入 30 mL 乙醚(B.2.3),激烈摇动,然后静置。

B.4.2.3 将下层转移至第二分液漏斗 B(B.3.2)。再以 30 mL 乙醚萃取一次。将下层转到第三分液漏斗 C,并将上层转到第一分液漏斗 A。再萃取水相 3 次,每次用 30 mL 乙醚。合并醚相于分液漏斗 A 中,再洗涤醚萃取物三次,每次用 15 mL 盐酸溶液(B.2.5)。

B.4.2.4 将醚萃取物定量转移至已放入约 10 g 硫酸钠(B.2.1)的 250 mL 锥形瓶(B.3.5)中,摇动,静置 30 min,然后通过滤纸过滤到放入少许玻璃珠的已称量烧瓶(B.3.3)中。洗涤锥形瓶、硫酸钠和滤纸 5 次,每次用 10 mL 乙醚。

B.4.2.5 连接冷凝器和烧瓶,将装置置于水浴上,蒸馏到几乎全部溶剂被蒸出。拆掉冷凝器,缓缓通入干冷空气,除去最后痕量溶剂。在进行此项操作时,持续通入空气,用手转动烧瓶,使烧瓶离开水浴处于倾斜位置。这样,烧瓶中液体扩展成薄膜状,以利除去最后痕量溶剂。

如含有低碳石油醚溶解物(如十二醇),尤其当有痕量水分时,颇易挥发损失。因此,需小心驱赶溶剂,特别是在通空气流时更要注意。因此,当还能察觉一些溶剂气味时,就要将烧瓶冷却至室温,仔细擦干,称量,记录质量。重新将烧瓶加热至约 30 ℃,在其上通空气流 1 min,冷却,擦干烧瓶,再次称量,记录质量。

B.4.2.6 重复以上操作,直至相继两次称量之差不大于 1 mg。

B.5 结果表示

B.5.1 计算方法

酸水解后乙醚可萃取物含量 X_2 ,以质量分数表示,按式(B.1)计算:

$$X_2 = m_1 \times \frac{100}{m_0} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

m_1 ——残余物的质量,单位为克(g);

m_0 ——试样(A.4.1)的质量,单位为克(g)。

B.5.2 再现性

同一样品,在两个实验室所得结果之差不超过 1%。

注 1: 对按 GB/T 6365 分离的混合工业脂肪醇,需测定碱值和酸值。

注 2: 酸值需小于或等于 2。

附录 C
(资料性附录)
分析总方案图解

分析总方案见图 C.1。

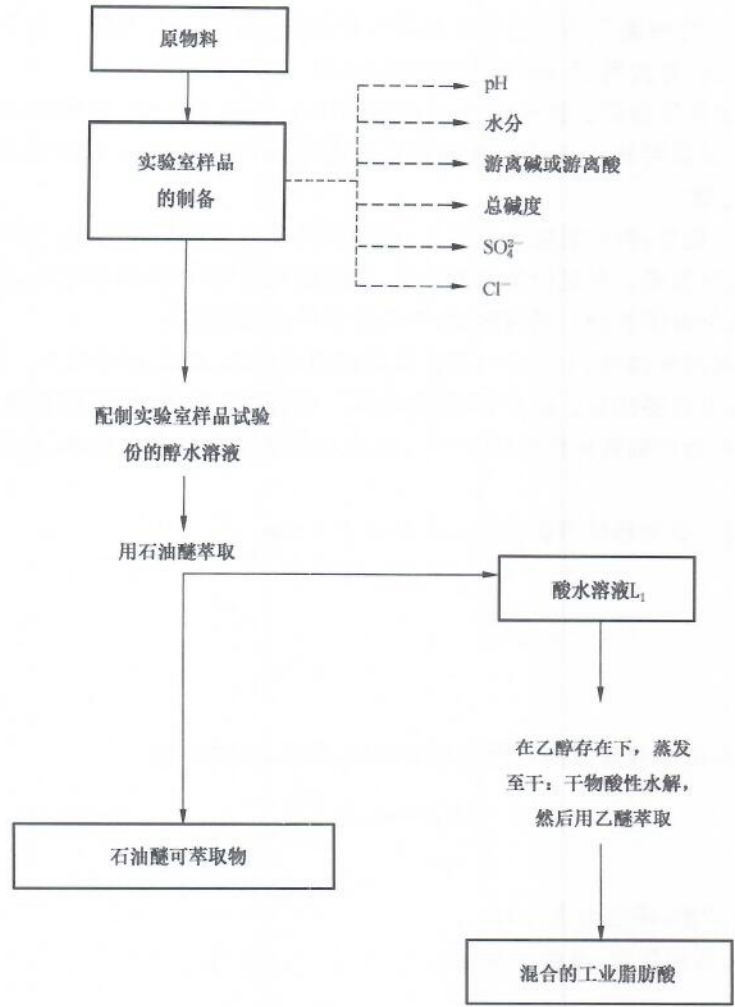
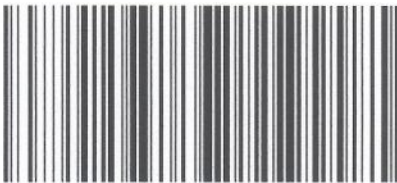


图 C.1 分析总方案



GB/T 38729—2020

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-64633

定价: 16.00 元