

ICS 71.100.40  
G 72



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 38731—2020

## 表面活性剂 工业仲烷基硫酸钠试验方法

Surface active agents—Test methods of technical sodium secondary alkylsulphates

(ISO 895:1977, Surface active agents—Technical secondary 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  
国家标准化管理委员会

发布

中华人民共和国  
国家标准  
**表面活性剂 工业仲烷基硫酸钠试验方法**

GB/T 38731—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](http://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: 155066·1-64646 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 895:1977《表面活性剂 工业仲烷基硫酸钠 分析方法》。

本标准与 ISO 895:1977 相比结构调整如下：

- 第 1 章对应 ISO 895:1977 的第 1 章、第 2 章；
- 第 2 章对应 ISO 895:1977 的第 3 章；
- 增加了第 3 章“术语和定义”；
- 删除了 ISO 895:1977 的第 4 章、第 5 章；
- 第 4 章对应 ISO 895:1977 的 6.1；
- 第 5 章对应 ISO 895:1977 的 6.2；
- 第 6 章对应 ISO 895:1977 的 6.3；
- 第 7 章对应 ISO 895:1977 的 6.4；
- 第 8 章对应 ISO 895:1977 的 6.5，并将试验内容调整为附录 A；
- 第 9 章对应 ISO 895:1977 的 6.6，并将试验内容调整为附录 B；
- 第 10 章对应 ISO 895:1977 的 6.7；
- 第 11 章对应 ISO 895:1977 的 6.8；
- 第 12 章对应 ISO 895:1977 的第 7 章；
- 附录 C 对应 ISO 895:1977 的附录。

本标准与 ISO 895:1977 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 11275—2007(见第 5 章)、GB/T 3050(见第 11 章)、QB/T 2739—2005(见 A.2.5、B.2.3、B.2.5)和 GB/T 6682(见 B.2)；
  - 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 6366 代替了 ISO 6844(见第 10 章)；
  - 删除了规范性引用文件 ISO 607、ISO 894 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 895:1977 第 4 章取样的要求。
- 因内容重复，删除了 ISO 895:1977 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)。
- 为适应我国的使用习惯及试剂规格，修改了石油醚沸程(见 A.2.3)。
- 根据我国的操作习惯，修改了烧瓶的类型(见 A.3.1)。
- 根据我国的操作习惯，删除了分馏柱(见 A.3)。
- 为适应我国的实际情况，删除了实验室一般器皿的引用文件(见 A.3)。
- 为适应试验要求，细化了样品的溶解、转移等操作(见 A.4.2.1)。

- 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)。
- 为适应我国的实际情况,简化描述驱赶溶剂、恒重过程,删除了作图要求(见 A.4.2.6 和 A.4.2.7)。
- 为适应我国的实际情况,试剂中增加了氢氧化钠(见 B.2.4)。
- 为适应我国的实际情况,仪器中增加了平底烧瓶(见 B.3.1)。
- 为适应我国的使用习惯,修改了注(见 B.5.1)。

本标准还做了下列编辑性修改:

- 修改了标准名称;
- 将 ISO 895:1977 的第 1 章与第 2 章整合成本标准的第 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 895:1977 中 6.6.4.2 蒸发滤液过程中蒸汽引出的描述;
- 修改了整分份的说法(见 B.4.1);
- 修改了蒸发溶剂终点的描述(见 B.4.2.5)。

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)]、广州蓝月亮实业有限公司、深圳市芭格美生物科技有限公司、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:李晓睿、张靖峰、郭宏涛、姚晨之、孙永强、李晓辉。

# 表面活性剂 工业仲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仲烷基硫酸钠的 pH 值、含水量、游离碱或游离酸、总碱度、石油醚可萃取物、烷基硫酸钠、硫酸钠、氯化钠含量等指标的试验方法。

本标准适用于液状工业仲烷基硫酸钠,其中不含与制备无关的任何产物。

本标准不适用于粉状或浆状产品。

## 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 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 11275—2007 表面活性剂 含水量的测定(ISO 4317:1991, IDT)

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 值低于 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—2007 中 7.2 规定的方法,采用共沸蒸馏法测定。

### 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

当样品按照第 4 章的方法测量 pH 值, 测得的结果远大于 7, 用第 6 章的方法测量碱度, 碱度值远大于 0.3, 在此情况下, 建议按 GB/T 7378 所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 烷基硫酸钠含量的测定

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

A.2.4 氢氧化钠,约 0.1 mol/L 溶液。

A.2.5 酚酞,1 g/L 乙醇溶液,按 QB/T 2739—2005 中 5.1 配制。

#### A.3 仪器

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 容量瓶,500 mL。

A.3.5 锥形瓶,250 mL。

#### 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 100 mL 烧杯中。

##### A.4.2 测定

A.4.2.1 用 50 mL 水溶解试验份(A.4.1),并将溶液转移至 500 mL 分液漏斗 A(A.3.3)中。用水洗涤烧杯,洗涤水并入分液漏斗,最终体积约 125 mL,加入 50 mL 乙醇溶液(A.2.2)。

A.4.2.2 用酚酞(A.2.5)检查溶液是否呈弱碱性,根据需要用氢氧化钠溶液(A.2.4)调至碱性,摇匀,冷却,加入 50 mL 石油醚(A.2.3),振摇 30 s,使之静置分层,必要时加入少量乙醇溶液(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。将下层收集并转入第 3 个分液漏斗 C(A.3.3)中,上层移入第一个分液漏斗 A(A.3.3)。如此用 3 只分液漏斗交替萃取共 3 次,每次用 50 mL 石油醚。合并石油醚相于分液漏斗中 A(A.3.3),在最后一次萃取后将醇水溶液转移至 400 mL 烧杯中,并用 20 mL 水或乙醇溶液(5%~10%)洗涤分液漏斗 B 和 C 3 次,将洗涤水加入

烧杯中的醇水溶液相。

A.4.2.4 每次用 15 mL 水洗涤醚相,至洗液不呈碱性。将洗液并入醇水溶液相,将醇水溶液相在沸水浴上加热 10 min~15 min,使石油醚蒸发,冷却。用酚酞(A.2.5)检查溶液是否呈弱碱性,根据需要用氢氧化钠溶液(A.2.4)调至碱性。

将溶液转入 500 mL 容量瓶(A.3.4), 用水洗涤烧杯, 并将洗涤水转入容量瓶, 稀释定容至刻度, 此溶液 L<sub>1</sub>, 用于测定烷基硫酸钠含量。

A.4.2.5 将石油醚萃取液置于干燥的锥形瓶(A.3.5)中,加入10g无水硫酸钠(A.2.1),振摇,静置30min。用滤纸过滤至已恒重的放有少量玻璃球的平底烧瓶(A.3.1)中,用50mL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。

A.4.2.6 将冷凝器(A.3.2)与烧瓶连接,在电热板或水浴中加热蒸发石油醚,待溶剂基本蒸干,拆去冷凝器,冷却烧瓶至约30℃,缓缓通入冷的干燥空气流以除去痕量溶剂,用手转动烧瓶,使烧瓶离开电热板或水浴,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。

为避免挥发损失,在驱赶溶剂,特别是在吹空气流时要注意,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。

A.4.2.7 重新将烧瓶加热至约 30 ℃,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:

式中：

$m_1$ —残余物的质量,单位为克(g);

$m_0$ —试验份(A.4.1)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)  
烷基硫酸钠含量的测定

### B.1 原理

将附录 A 中 A.4.2 中得到的醇水溶液( $L_1$ )蒸发至原体积的 1/10,加入乙醇,蒸发至干,加乙醇蒸发至干,再加乙醇蒸发至干(重复此操作的目的在于除去醇水溶液中的水分)。用热乙醇萃取干残余物中的烷基硫酸钠。

通过蒸发溶剂,将烷基硫酸钠除析出。残余物中可能含有一些氯化钠和碳酸钠,测定其含量,从萃取残余物总量中扣除。

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 丙酮,蒸发残余物不应大于 0.005 g/100 mL。
- 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碱性。
- B.2.3 硫酸,0.1 mol/L 标准溶液,按 QB/T 2739—2005 中 4.4 配制。
- B.2.4 氢氧化钠,约 0.1 mol/L 溶液。
- B.2.5 酚酞,1 g/L 乙醇溶液,按 QB/T 2739—2005 中 5.1 配制。

### B.3 仪器

- B.3.1 平底烧瓶,250 mL。
- B.3.2 移液管,100 mL。
- B.3.3 烘箱,温度可控制在 85 °C~90 °C。
- B.3.4 真空干燥器。

### B.4 试验步骤

#### B.4.1 试验份

用 100 mL 移液管(B.3.2)吸取测定石油醚可萃取物(A.4.2)后剩余的醇水溶液( $L_1$ )(亦可参见附录 C),至 250 mL 烧杯中。

#### 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)体积至约 10 mL。
- B.4.2.2 加入 20 mL 乙醇溶液(B.2.2)并蒸发至干,再加 20 mL 乙醇溶液蒸发至干。然后加 50 mL 乙醇溶液,用玻璃搅拌棒使残余物分散开,并置于水浴上使之沸腾 3 min,同时加以搅拌。
- B.4.2.3 静置沉降乙醇不溶物,倾斜上层热液,通过滤纸过滤到放有少许玻璃珠的已称重的 250 mL 烧

瓶(B.3.1)中。将烧瓶置于沸腾水浴上，蒸发滤液。

B.4.2.4 加 25 mL 乙醇溶液于烧杯中,使之沸腾,并微沸 2 min。然后静置,通过同一滤纸将上层液体过滤到烧瓶中。

重复萃取两次以上,每次用 25 mL 热乙醇溶液,最后一次加入乙醇溶液,将大部分不溶物转移到滤纸上。用热乙醇溶液洗涤烧杯、滤纸和滤纸上的内容物,特别注意滤纸边缘,不应有任何油脂的痕迹。

**B.4.2.5** 缓缓通入空气,除去最后痕量溶剂。加入 10 mL 丙酮(B.2.1),继续蒸干,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,烧瓶中液体扩展开成薄膜状,以利除去最后痕量溶剂。

将烧瓶置于烘箱(B.3.3)中5 min, 烘箱温度控制在85 ℃~90 ℃。取出放在真空干燥器(B.3.4)中冷却, 称量。重复以上干燥、冷却和称量操作, 至恒重, 即在15 min间隔内, 两次相继称量值之差不大于0.005 g。

**B.4.2.6** 将残余物溶解在水中,必要时,可温热至完全溶解。用酚酞(B.2.5)检查溶液是否呈弱碱性,根据需要用氢氧化钠溶液(B.2.4)调至碱性。测定在萃取过程中带入的碳酸钠含量(如果总碱度和游离碱度测定结果没有差别,则不需要再测定碳酸钠含量),测定方法是以酚酞溶液(B.2.5)为指示剂,用硫酸溶液(B.2.3)滴定。然后对剩余水溶液测定由氯化钠带入的氯离子( $\text{Cl}^-$ )含量。以余下的全部水溶液为试验份,用电位滴定法(见第11章)测定。

## B.5 结果表示

### B.5.1 计算方法

仲烷基硫酸钠含量  $X_2$ ，以质量分数表示，按式(B.1)计算：

$$X_2 = [m_1 - (0.0106V_0 + 0.00585V_1)] \times \frac{500}{100} \times \frac{100}{m_0} \\ = [m_1 - (0.0106V_0 + 0.00585V_1)] \times \frac{500}{m_0} \quad \dots \dots \dots \quad (B.1)$$

式中：

$m_1$ —残余物的质量,单位为克(g);

$V_0$  —— 测定碳酸钠含量时消耗硫酸溶液(B.2.3)的体积, 单位为毫升(mL);

$V_1$  —— 测定氯离子( $\text{Cl}^-$ )含量(见第 11 章)时,消耗的硝酸银溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ —试验份(A.4.1)的质量,单位为克(g)。

注 1：假若使用的标准溶液浓度不完全与 B.2 中所列浓度相同，在计算结果时，需计入校正因子。

注2：如果总碱度测定结果和游离碱度测定结果不同，系因碳酸盐的存在需做适当校正。

### 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 1.2%。

**附录 C**  
**(资料性附录)**  
**分析总方案图解**

分析总方案见图 C.1。

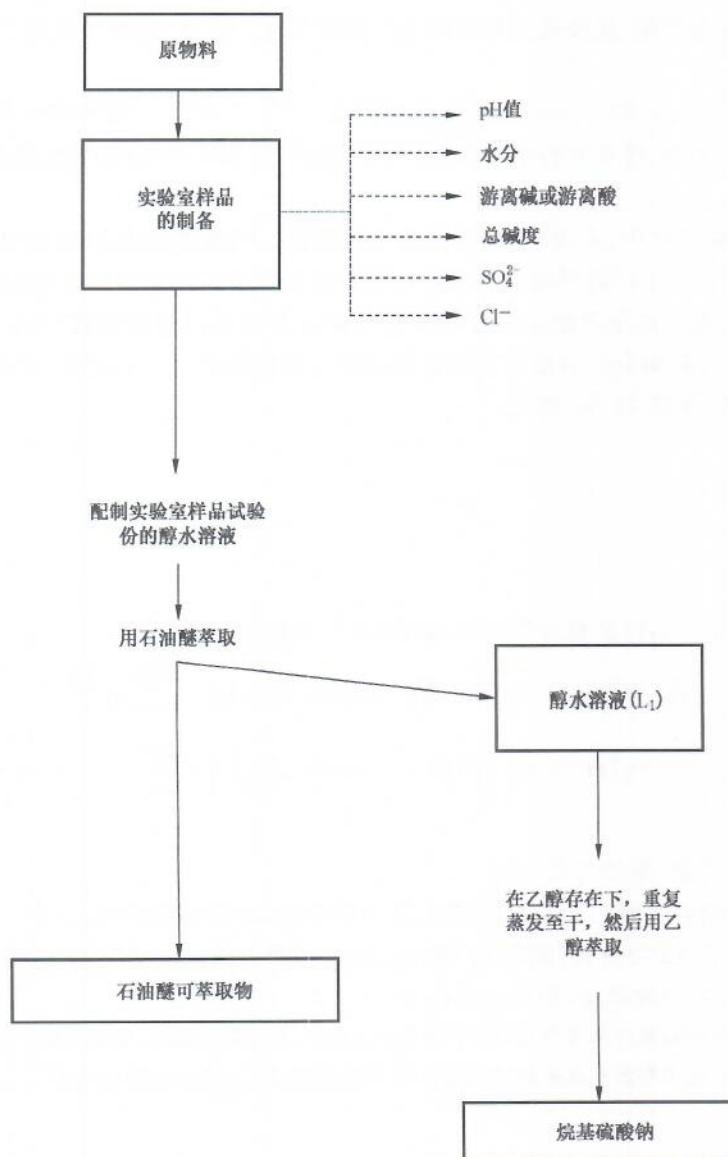


图 C.1 分析总方案



GB/T 38731-2020

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066 · 1-64646

定价: 16.00 元