

中华人民共和国国家标准

GB/T 11988—2008
代替 GB/T 11988—1989

表面活性剂 工业烷烃磺酸盐 烷烃单磺酸盐平均相对分子质量 及含量的测定

Surface active agents—Technical alkane sulfonates—Determination of mean
relative molecular mass and content of the alkane monosulfonate

(ISO 6845:1989, Surface active agents—Technical alkane sulfonates—
Determination of the mean relative molecular mass of the alkane
monosulfonates and the alkane monosulfonate content, MOD)

2008-12-30 发布

2009-09-01 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

本标准修改采用国际标准 ISO 6845:1989《表面活性剂 工业烷烃磺酸盐 烷烃单磺酸盐平均相对分子质量及含量的测定》。

本标准根据 ISO 6845:1989 重新起草。由于我国的法律要求和工业的特殊要求,对于修改采用 ISO 标准的内容,其技术性差异用垂直线标识在它们所涉及条款的页边右侧空白处,并在本标准的附录 A 中给出了本标准与 ISO 6845:1989 的技术性差异及其原因一览表,以供参考。

本标准代替 GB/T 11988—1989《表面活性剂 工业烷烃磺酸盐 烷烃单磺酸盐平均相对分子质量及含量的测定》。

本标准与 GB/T 11988—1989 相比主要变化如下:

- 增加了判断烷基单磺酸是否萃取完全的方法;
- 增加了萃取物进柱前的处理方法;
- 增加了萃取时判断水、乙醇和盐酸的比例是否合适的具体方法;
- 增加了离子交换柱的前处理方法。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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归口。

本标准起草单位:国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)、中国日用化学工业研究院。

本标准主要起草人:严方、姚晨之、耿颢。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 11988—1989。

表面活性剂 工业烷烃磺酸盐 烷烃单磺酸盐平均相对分子质量 及含量的测定

1 范围

本标准规定了一种测定仅含微量烷烃的工业烷烃磺酸盐中的烷烃单磺酸盐平均相对分子质量及含量的方法。

本标准适用于烷烃磺氯酰化和磺氧化产品的所有碱金属盐。

为了应用直接两相滴定法测定烷烃单磺酸盐含量,应知道烷烃单磺酸盐的平均相对分子质量。当测定典型样品的平均分子质量时,同时测定样品的烷烃单磺酸盐含量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 13173—2008 表面活性剂 洗涤剂试验方法(ISO 607:1980,ISO 2996:1974,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标准。

3.1

烷烃单磺酸盐 **alkane monosulfonates**

在 12~20 碳原子直链烷烃的磺氯酰化和磺氧化物中和的工业产品中存在的单磺酸碱金属盐。

4 原理

用乙醇溶解试验份,并用盐酸酸化该乙醇溶液。

在液-液萃取器内用石油醚萃取,使烷烃单磺酸转入石油醚相中,烷烃二磺酸盐和硫酸根离子留在水-乙醇相,二者得以定量分离。

蒸发石油醚相并加乙醇溶解,通过阳离子交换柱除去痕量碱。

以无碳酸盐的氢氧化钠溶液中和流出液,然后干燥和称量得到的烷烃单磺酸钠,计算平均相对分子质量及其含量。

5 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和无二氧化碳的蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

5.1 丙酮。

5.2 95%乙醇。

5.3 乙醇,50%溶液(体积分数)。

GB/T 11988—2008

5.4 石油醚,馏程 30 °C~60 °C。

5.5 盐酸, $\rho_{20}=1.18$ g/mL。

5.6 氢氧化钠, $c(\text{NaOH})=0.1$ mol/L 标准乙醇溶液,无碳酸盐。

5.6.1 溶液的制备:参照 QB/T 2739—2005 中 4.1 及 4.2 配制和标定,溶剂瓶需配有碱-石灰干燥管。

5.6.2 无碳酸盐的检验:转移少量溶液于试管中,加入相同体积的硝酸钡溶液($c=130$ g/L),若溶液至少在 5 min 内澄清,则此溶液可使用。

5.7 酚酞,10 g/L 指示液。

5.8 阳离子交换树脂,强酸性(磺酸基),具有相当 2% 的二乙烯基苯的交联度,粒度 0.3 mm~1.00 mm。

6 仪器

常用实验室仪器和以下仪器。

6.1 液-液萃取器:容积约 300 mL,上下有磨砂玻璃接头,见图 1。

6.2 平底烧瓶:500 mL,磨砂玻璃颈与萃取器(6.1)下部的玻璃接头相配。

6.3 平底烧瓶:250 mL,具有磨砂玻璃塞。

6.4 回流冷凝器:下部有磨砂玻璃接头,与液-液萃取器上部磨砂玻璃接口相配。

6.5 离子交换树脂柱: $\phi 12$ mm,长 150 mm。

6.6 烧杯:150 mL。

6.7 无塞滴定管:25 mL。

6.8 水浴:能控温 70 °C 至水沸。

6.9 电热恒温箱:能控温 (120 ± 2) °C。

6.10 干燥器:内放变色硅胶。

单位为毫米

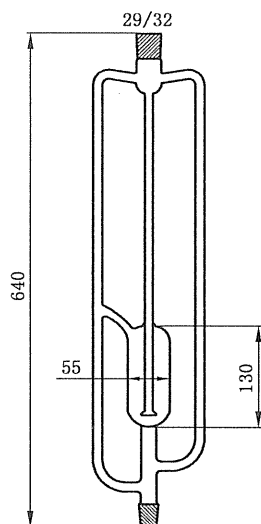


图 1 液-液萃取器(约 300 mL)

7 分样

按 GB/T 13173—2008 中第 4 章规定执行。

8 程序

8.1 试验份

称取含约 0.6 g~0.8 g 烷烃单磺酸盐(准确至 0.001 g)的试验份于 150 mL 烧杯(6.6)中。

8.2 阳离子交换柱的制备

取 10 mL 阳离子交换树脂于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(5.5)和 20 mL 水的混合液,浸泡 24 h。

将此树脂转移至离子交换柱中,并不断搅动以除去气泡。先用 300 mL~500 mL 蒸馏水洗涤,再用乙醇(5.2)洗涤,直至流出液中不再检出氯离子为止。

8.3 阳离子交换树脂的再生

大约测定 100 次后,用 10 mL 盐酸(5.5)与 20 mL 水的混合液流经柱子,并用 300 mL~500 mL 蒸馏水洗涤,再用乙醇(5.2)洗涤,直至流出液中不含氯离子为止。

注:不应使离子交换柱流干,树脂应总浸没在液体里,填充、洗涤或再生时,洗提速率应调至约 6 mL/min。从未被使用过的离子交换柱,在使用乙醇洗涤前,先用盐酸及温水洗涤数次。

8.4 测定

加入 50 mL 乙醇(5.3)溶解试验份,再加入 20 mL 盐酸(5.5),然后将溶液转移至液-液萃取器,用 30 mL 乙醇(5.3)冲洗烧杯,洗涤液并入液-液萃取器。

将萃取器安装到盛有约 400 mL 石油醚的 500 mL 烧瓶(6.2)上,上部装回流冷凝器。在 70 °C~80 °C 水浴上加热烧瓶内容物到沸腾,以约 1.5 L/h 的蒸馏速率进行萃取。当测定平均相对分子质量时回流萃取 5 h,若测定含量需更换新鲜石油醚,则再继续萃取 2 h。检验是否萃取完全,可用氢氧化钠标准滴定溶液(5.6)滴定最后一份萃取液中的烷烃单磺酸,先蒸去石油醚,再用 50 mL 乙醇(5.2)溶解,以酚酞指示剂指示,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,若消耗溶液体积少于 0.5 mL 则视为萃取完全。

注:萃取 5 h 后,中间相应消失,否则即是水、乙醇和盐酸的比例不当,应调节后萃取一新试验份。

停止回流,拆下烧瓶并与索氏抽提器相连,在 70 °C 水浴上回收石油醚,然后在沸水浴上蒸发至干(应在通风橱中操作)。

将蒸干物用 50 mL 乙醇(5.2)溶解,对检验是否萃取完全而用碱溶液滴定过的萃取物,需在检验后立即用 0.1 mol/L 的盐酸调至淡粉红色消失,呈无色透明状。将溶液一并通过预先制备好的阳离子交换柱,再用 100 mL 乙醇(5.2)洗提离子交换柱,流出液一起收集在预先恒重的平底烧瓶(6.3)中。

加几滴酚酞指示剂(5.7)至流出液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡粉红色并保持 30 s 不褪色即为终点。

在沸水浴上将此中和液蒸发至干后,加丙酮处理残余物三次,以除去痕量水分,即每次加 10 mL 丙酮溶解残余物,然后在沸水浴上蒸干。

在(120±2)°C 的烘箱中干燥残余物 1 h,然后放入干燥器内冷却,称量,称准至 0.001 g。

重复干燥、冷却和称量操作,直至两次相继称量之差不超过 0.001 g。

9 结果的表示

9.1 计算方法

工业烷烃磺酸盐中的烷烃单磺酸盐(以钠盐计)的平均相对分子质量 \bar{M} ,按式(1)计算:

$$\bar{M} = \frac{1\,000\,m}{V_c} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——由 8.4 得到的单磺酸钠的质量,单位为克(g);

V ——中和萃取的单磺酸耗用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

GB/T 11988—2008

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

工业烷烃磺酸盐中的烷烃单磺酸盐含量 X ,用烷烃单磺酸钠的质量分数表示,按式(2)计算:

$$X = \frac{m}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——由 8.4 得到的单磺酸钠的质量,单位为克(g);

m_0 ——试验份的质量,单位为克(g)。

9.2 精密度

对含总可溶物约 25% 的烷烃磺酸盐,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差:烷烃单磺酸盐平均相对分子质量不大于 2;烷烃单磺酸盐含量不大于 3%,以大于以上规定的情况不超过 5% 为前提。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 6845:1989 的技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 6845:1989 的技术性差异及其原因一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 6845:1989 技术性差异及其原因

本标准章 条编号	本标准内容	ISO 章 条编号	ISO 6845:1989 内容	原因
5.4	石油醚,馏程 30 ℃~60 ℃	5.4	石油醚,馏程 40 ℃~60 ℃	结合我国化学试剂的实际情况
5.6.1	参照 QB/T 2739—2005 中 4.1 及 4.2 配制和标定,溶剂瓶需配有碱-石灰干燥管。 QB/T 2739—2005 中 4.1 规定,称取 100 g NaOH 溶于 100 mL 无二氧化碳水中,摇匀,置于聚乙烯容器内,密闭放置至溶液清亮,用无二氧化碳水稀释至 1 000 mL,按表格规定的体积用塑料管量取所要配制浓度 NaOH 清液,滴定干燥至恒重的基准试剂邻苯二甲酸氢钾,酚酞指示剂指示终点,同时做试剂空白试验;4.2 规定,称取 160 g KOH 溶于 100 mL 无二氧化碳水中,摇匀,置于聚乙烯容器内,密闭放置 24 h,至溶液清亮,用 95%乙醇(必要时采用优级醇无水乙醇)稀释至 1 000 mL,表格规定的体积用塑料管量取所要配制浓度 KOH 清液,滴定干燥至恒重的基准试剂邻苯二甲酸氢钾,酚酞指示剂指示终点,同时做试剂空白试验	5.6	取 8.1 g NaOH(准至 1 mg),用 100 mL 50%乙醇-水溶解,冷却后,使大部分 NaCO ₃ 沉降,移取 100 mL 至 200 mL 容量瓶,用无二氧化碳的水定容,基准试剂邻苯二甲酸氢钾,酚酞指示剂指示终点	更符合实际,配制方法更科学、灵活
5.8	树脂粒度 0.3 mm~1.0 mm	5.8	树脂粒度无规定	统一要求
6.2	平底烧瓶 500 mL	6.2	圆底烧瓶 500 mL	为操作方便
6.7	滴定管,容量 25 mL	6.6	滴定管,容量 50 mL	更符合实际需要
6.9	电热恒温箱	6.10	真空烘箱	能满足试验需要
7	按 GB/T 13173—2008 中第 4 章规定执行。 GB/T 13173—2008 第 4 章中详细规定了对粉状、颗粒状、膏状及液体样品分样的原理,所用仪器,称样质量,具体的操作步骤和注意事项。这些规定最终保证了取得试验样品的样本代表性	6	无具体操作步骤和必要注意事项说明	操作更加规范、科学

表 A.1 (续)

本标准章 条编号	本标准内容	ISO 章 条编号	ISO 6845:1989 内容	原因
8.2	取 10 mL 阳离子交换树脂于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸和 20 mL 水的混合液,浸泡 24 h,将此树脂转移至离子交换柱中,并不断搅拌以除去气泡。先用 300 mL~500 mL 蒸馏水洗涤,再用乙醇洗涤,直至流出液中不再检出氯离子为止	8.2	取 10 mL 阳离子交换树脂于加入 30 mL 盐酸溶液(10 mL 盐酸和 20 mL 水的混合液)的 150 mL 烧杯中,用磁力搅拌器缓慢搅拌 2 h 后;再用 30 mL 95%(体积分数)乙醇搅拌 1 h	使柱子分离效果更好。离子交换树脂处理得好,可提高柱子的分离效果
8.3	用 300 mL~500 mL 蒸馏水洗涤	8.3	用 50 mL 水洗	使柱子的分离效果更好
8.4	① 在 70 ℃~80 ℃水浴上加热到沸腾;② 回收石油醚,然后在沸水浴上蒸干;③ 酚酞指示剂指示终点;④ 使用盛有变色硅胶的干燥器	8.4	① 保持于 70 ℃水浴上加热;② 不回收石油醚,在通风橱内和 70 ℃水浴上蒸发至干,并在液面上通缓和氮气以加快蒸发;③ 溴酚蓝指示剂指示终点;④ 使用盛五氧化二磷的干燥器	① 浴温为 70 ℃,一般情况是可以的,但冬季若室温低于 18 ℃时,因散热严重,回流速度减慢,可将浴温升至 80 ℃;② 减少污染;③ 用溴酚蓝指示剂,以强碱滴定强酸用溴酚蓝指示剂不合适,故本标准改用酚酞指示剂;④ 能达到规定的干燥效果

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
表面活性剂 工业烷烃磺酸盐
烷烃单磺酸盐平均相对分子质量
及含量的测定
GB/T 11988—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

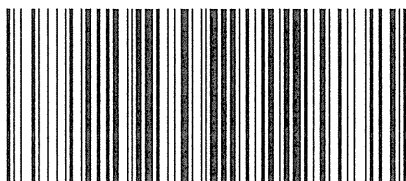
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-36334



GB/T 11988-2008

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)68533533