

中华人民共和国国家标准

表面活性剂 无机硫酸盐含量的测定 滴定法

GB/T 6366—92

代替 GB 6366—86

Surface active agents—Determination of
mineral sulfate content—Titrimetric method

本标准参照采用国际标准 ISO 6844—1983《表面活性剂——无机硫酸盐含量的测定——滴定法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了表面活性剂中无机硫酸盐含量的测定方法。

本标准适用于含有硫酸钠、硫酸铵、烷醇胺、硫酸盐的阴离子表面活性剂。

本标准不适用于含有在试验条件下会生成微溶铅盐的其他化合物,如磷酸盐或多量氯化物的产品,也不适用于会妨碍准确调节 pH 值的含有多量弱酸盐(例如:肥皂或丁二酸单酯磺酸盐)的产品。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备。

3 方法原理

本滴定法以双硫脲作指示剂,用硝酸铅标准溶液滴定试样的缓冲丙酮溶液。

4 试剂和材料

4.1 实验室用蒸馏水(GB 6682):三级水;

4.2 丙酮(GB 686):化学纯;

4.3 硝酸(GB 626):63 g/L;

4.4 氢氧化钠(GB 629)溶液:40 g/L;

4.5 1,5-二苯基硫巴脲(双硫脲)($C_6H_5 \cdot NH \cdot NHCSH : NC_6H_5$)溶液:0.5 g/L 丙酮溶液。双硫脲丙酮溶液配制后应贮存在棕色瓶中,3~5 天后应重新配制。

4.6 二氯乙酸铵缓冲溶液:加 67 mL 二氯乙酸至约 250 mL 水中,用 pH 计或精密试纸,以 18%(m/m)氨溶液(GB 631)小心中和(约 80 mL)至 pH7。待冷却后,再加入 33 mL 二氯乙酸并用水稀释至 600 mL,此时溶液 pH 为 1.5~1.6。该溶液在 70%~85%(V/V)丙酮介质中 pH 应为 4.1 ± 0.2 。

4.7 硝酸铅(HG 3—1070) $c[Pb(NO_3)_2] = 0.010\ 0\ mol/L$ 。

按照 GB 601 中 4.18 条配制和标定。

5 仪器、设备

5.1 烧杯:50 mL;

5.2 容量瓶:50、100 mL;

5.3 锥形瓶:250 mL;

5.4 单刻度移液管:5、10、15、20 mL;

5.5 刻度移液管:1、2 mL;

5.6 棕色酸式滴定管:10、25 mL;

5.7 量筒:25、100 mL。

6 分析步骤

对于无色及颜色较浅的表面活性剂,根据预计的硫酸钠含量称取表 1 中规定的试样量(精确至 0.001 g)于烧杯中。

表 1

试样中预计的硫酸钠含量 ¹⁾ , %	试样质量, g
<0.5	10~14
0.5~6	5
>6	<5

注: 1) 若试样的硫酸钠含量大于 6% 时,称取的试样质量中应含 0.1~0.3 g 硫酸钠。

用约 50 mL 温水(不超过 50 °C)溶解试样,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀,备用。

按照表 2 中列出的预计硫酸钠含量用移液管(5.4)分别移取相应的体积。

表 2

预计的硫酸钠含量, %	吸取体积, mL
>3	5
1.5~3	10
0.5~1.5	15
<0.5	20

对于颜色较深的表面活性剂,根据预计的硫酸钠含量,称取表 3 中规定的试样(精确至 0.001 g)按上述溶解试样方法稀释至 500 mL 摇匀,然后用移液管(5.4)移取相应的体积。

表 3

预计的硫酸钠含量 ¹⁾ , %	试样质量, g	吸取体积, mL
≤10	3	20
>10	<3	20

注: 1) 若试样硫酸钠含量大于 10% 时,称取的试样质量中应含 0.2~0.3 g 硫酸钠。

将按表 2(或表 3)规定吸取的试样溶液移入锥形瓶中,加水至 20 mL。加 1 mL 双硫脲(4.5)溶液。若溶液呈现绿色,逐滴加入氢氧化钠溶液(4.4)至红色出现,再逐滴加入硝酸溶液(4.3)至绿色出现,然后加入 2 mL 二氯乙酸铵缓冲溶液(4.6)和 80 mL 丙酮(4.2)。加入丙酮后立即用硝酸铅标准溶液(4.7)滴定,直至溶液的绿色消失并转变为可稳定 15 s 的暗红色,即为终点。

7 分析结果的表述

对于无色及颜色较浅的表面活性剂,以硫酸钠表示的无机硫酸盐质量百分数 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot c \times 0.142 \times 10^4}{m_0 \cdot V_0} \dots\dots\dots (1)$$

对于颜色较深的表面活性剂,以硫酸钠表示的无机硫酸盐质量百分数 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot c \times 0.142 \times 5 \times 10^4}{m_0 \cdot V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_0 ——试样的质量, g;

V_0 ——测定时移取的体积, mL;

V_1 ——滴定耗用的硝酸铅溶液体积, mL;

c ——硝酸铅标准溶液的实际浓度, mol/L;

0.142——与 1.00 mL 硝酸铅标准溶液 $\{c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2] = 1.000 \text{ mol/L}\}$ 相当的, 以克表示的硫酸钠的质量。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由上海市染料研究所归口。

本标准由上海市染料研究所负责起草。

本标准主要起草人季菊芬、肖毅、庄永斌。

