

中华人民共和国国家标准

GB/T 5173—2018 代替 GB/T 5173—1995

表面活性剂 洗涤剂 阴离子活性物 含量的测定 直接两相滴定法

Surface active agents—Detergents—Determination of anionic-active matter content—Direct two-phase titration procedure

(ISO 2271:1989, Surface active agents—Detergents—Determination of anionic-active matter by manual or mechanical direct two-phase titration procedure, MOD)

2018-12-28 发布 2019-07-01 实施

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 5173—1995《表面活性剂和洗涤剂 阴离子活性物的测定 直接两相滴定法》。 本标准与 GB/T 5173—1995 相比,主要技术变化如下:

- ——增加了对 α -烯基磺酸钠(AOS)的测定(见 7.2);
- ——删除了溴化乙啶鎓的选择使用(见 1995 年版的 4.8.1.3);
- ——修改了建议试验份称样质量(见 7.1,1995 年版的 7.1);
- ——修改了试验份定容体积(见 7.2,1995 年版的 7.2);
- ——修改了阴离子活性物含量的计算公式(见 8.1,1995 年版的 8.1);
- ——删除了月桂基硫酸钠(见 1995 年版的 4.5);
- ——删除了氯化苄苏鎓及酸性混合指示液的配制及标定过程,增加了引用标准(见 1995 年版的 4.6 和 4.8)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 2271:1989《表面活性剂 洗涤剂 用手工或机械直接两相滴定法测定阴离子活性物》。

本标准与 ISO 2271:1989 相比结构调整如下:

- ——删除了 ISO 2271:1989 中 5.5 和 5.6 关于自动滴定仪器的部分;
- ——增加了"5.5 烧杯";
- ——在 8.1 中增加了以 mmol/g 表示的计算公式;
- ——将 ISO 2271:1989 中 4.2 和 4.3 合并为本标准中 4.2;将 ISO 2271:1989 中 4.4 修改为本标准中 4.3;删除了 ISO 2271:1989 中 4.5 月桂基硫酸钠;删除了 4.6 氯化苄苏鎓及 4.8 酸性混合指示液的配制及标定过程,增加了引用标准;将 ISO 2271:1989 中 4.6 修改为本标准中 4.5;将 ISO 2271:1989 中 4.7 修改为本标准中 4.4;
- ——第9章"试验报告"中增加了"e) 试验日期和试验人员"。

本标准与 ISO 2271:1989 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(一)进行了标示、附录 A 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准还做了下列编辑性修改:

- ——修改了标准名称。
- ——删除了资料性附录 A;
- ——修改了三氯甲烷使用注意事项(见 4.1,1995 年版的 4.1)。

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)]、赞宇科技集团股份有限公司、西安开米股份有限公司、山西省标准化研究院、深圳市芭格美生物科技有限公司。

本标准主要起草人:姚晨之、薛伟、葛赞、于文、段平梅、赵红梅、郭宏涛。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

----GB/T 5173-1985, GB/T 5173-1995.



表面活性剂 洗涤剂 阴离子活性物 含量的测定 直接两相滴定法

1 范围

本标准规定了测定阴离子表面活性剂和洗涤剂中阴离子活性物含量的直接两相滴定法。

本标准适用于分析烷基苯磺酸盐、烷基磺酸盐、烷基硫酸盐、烷基羟基硫酸盐、烷基酚硫酸盐、脂肪醇甲氧基及乙氧基硫酸盐、二烷基琥珀酸酯磺酸盐和 α -烯基磺酸钠,以及每个分子含一个亲水基的其他阴离子活性物的固体或液体产品。

本标准不适用于有阳离子表面活性剂存在的产品。

若以质量分数表示分析结果时,则阴离子活性物的相对分子质量已知,或预先测定。

- **注 1**. 在洗涤剂中作为水助溶剂的低相对分子质量磺酸盐(甲苯及二甲苯磺酸盐)的含量不高于阴离子活性物的 15%时,不干扰分析结果,而高于 15%时需考虑其影响。
- 注 2: 肥皂、尿素、乙二胺四乙酸盐和羧甲基纤维钠不干扰。
- 注 3: 存在非离子表面活性剂时,需视各特殊情况估计其影响。
- **注 4**: 洗涤剂配方中的典型无机组分,如氯化钠、硫酸钠、硼酸钠、三聚磷酸钠、过硼酸钠、硅酸钠等不干扰,但过硼酸钠以外的漂白剂在分析前予以破坏,且样品完全溶于水。

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 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 13173—2008 表面活性剂 洗涤剂试验方法(ISO 607:1980,ISO 2996:1974,ISO 4313: 1976,ISO 4325:1990,ISO 697:1981,MOD:ISO 4321:1997,IDT)

QB/T 2739 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 原理

在水和三氯甲烷的两相介质中,在酸性混合指示液存在下,用阳离子表面活性剂[氯化苄苏鎓(Benzethonium chloride)]滴定,测定阴离子活性物。

注:滴定反应过程如下。阴离子活性物和阳离子染料生成盐,此盐溶解于三氯甲烷中,使三氯甲烷层呈粉红色。滴定过程中,水溶液中所有阴离子活性物与氯化苄苏鎓反应完,氯化苄苏鎓取代阴离子活性物-阳离子染料盐内的阳离子染料(溴化底米鎓),因溴化底米鎓转入水层,三氯甲烷层红色褪去。稍过量的氯化苄苏鎓与阴离子染料(酸性蓝-1)生成盐,溶解于三氯甲烷层中,使其呈蓝色。

4 试剂

除非另有说明,分析时均使用经确认的分析纯试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的三级水。

GB/T 5173-2018

4.1 三氯甲烷。

注: 亦可根据测试样品选择使用二氯甲烷,使用前确认二氯甲烷对所测试样品结果与三氯甲烷无显著性差异,同时在报告结果时说明所用的试剂类别。

- 4.2 硫酸,c(1/2 H₂SO₄)=0.5 mol/L 标准溶液,按 QB/T 2739 配制。
- 4.3 氢氧化钠, c(NaOH) = 0.5 mol/L 标准溶液, 按 QB/T 2739 配制。
- 4.4 酚酞,10 g/L 乙醇溶液,按 QB/T 2739 配制。
- 4.5 氯化苄苏鎓, c(C₂₇ H₄₂ ClNO₂)=0.004 mol/L 标准溶液,按 QB/T 2739 配制及标定。
- 4.6 酸性混合指示液,按 QB/T 2739 配制。

5 仪器

常规实验室仪器和以下各项。

- 5.1 具塞玻璃量筒,100 mL。
- 5.2 滴定管,50 mL。
- 5.3 容量瓶,500 mL。
- 5.4 移液管,25 mL。
- 5.5 烧杯,100 mL。

6 试样的制备

按 GB/T 13173-2008 第 4 章的规定制备和贮存试验样品。

7 程序

警示——由于三氯甲烷的毒性,直接两相滴定的相应操作应该在通风橱或通风良好的环境下进行。

7.1 试验份

称取含阴离子活性物约 2.0 mmol 的实验室样品至 100 mL 烧杯(5.5),称准至 1 mg。 表 1 是按相对分子质量 360 计算的取样量,可作参考。

表 1 试验份质量

样品中活性物含量(质量分数)/%	试验份质量/g
15	5.0
30	2.5
45	1.6
60	1.2
80	0.9
100	0.7

7.2 测定

将试验份溶于水,加入3滴酚酞溶液(4.4),并按需要用硫酸溶液(4.2)或氢氧化钠溶液(4.3)中和到

对酚酞呈中性。定量转移至500 mL的容量瓶(5.3)中,用水稀释到刻度,混匀。

用移液管(5.4)准确移取 25 mL 试样溶液至具塞量筒(5.1)中,加 10 mL 水、15 mL 三氯甲烷(4.1) 和 10 mL 酸性混合指示液(4.6),用氯化苄苏鎓溶液(4.5)滴定。开始时每次加入约 2 mL 滴定剂,塞上塞子,充分振摇,静置分层,下层呈粉红色,继续滴定并振摇,当接近滴定终点时,由于振荡而形成的乳状液较易破乳,然后逐滴滴定,充分振摇。当三氯甲烷层的粉红色完全褪去变成淡灰蓝色时,即为滴定终点。

注:对于 α-烯基磺酸钠试样的测定,移取的试样溶液体积、加入的三氯甲烷量参考 GB/T 20200 的规定。

8 结果的表示

8.1 阴离子活性物含量的计算

阴离子活性物含量 X_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \times V_3 \times M_r \times V_1}{1\ 000 \times V_2 \times m_0} \times 100 \qquad \dots$$
 (1)

阴离子活性物含量 X_2 以毫摩尔每克(mmol/g)表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V_1 \times V_3 \times c}{V_2 \times m_0} \qquad \qquad \cdots \qquad (2)$$

式中:

 X_1 ——阴离子活性物含量,%;

c ——氯化苄苏鎓标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

 V_3 ——滴定时所耗用的氯化苄苏鎓标准溶液体积,单位为毫升(mL);

M_r——阴离子活性物的平均摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

 V_1 ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);

 V_2 ——滴定移取试样溶液体积,单位为毫升(mL);

 m_0 ——试样质量,单位为克(g);

 X_2 —— 阴离子活性物含量,单位为毫摩尔每克(mmol/g)。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位作为测定结果

8.2 精密度

8.2.1 重复性

对同一样品,用相同的试验方法在同一个实验室中通过同一个操作者使用同一台仪器在较短的时间间隔内测得,两次相继测定结果之差应不超过平均值的 1.5%。

8.2.2 再现性

用相同的试验方法在不同实验室,不同操作者使用不同仪器得到的。两个独立的测定结果的相对 差值应不超过平均值的 3%。

9 试验报告

实验报告应包括以下各项:

- a) 所用方法:
- b) 所得结果及表示方法;

GB/T 5173-2018

- c) 试样的名称、类型、等级状态和生产厂;
- d) 标准中未具体规定的或外加的操作,以及任何可能对结果有影响的意外现象;
- e) 试验日期和试验人员。



附 录 A

(资料性附录)

本标准与 ISO 2271:1989 的技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 2271:1989 的技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准与 ISO 2271:1989 的技术性差异及原因

本标准章条编号	技术性差异	原因
1	适用范围增加 α-烯基磺酸钠 (AOS)	AOS 为常见的阴离子表面活性剂,其含量可以通过本标准中的方法测定,但需要微调之后方可准确测定,故予以特殊说明
2	关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,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:——删除 ISO 385-1:1984、ISO 648:1977 和 ISO 1042:1983;——增加引用 GB/T 6682、QB/T 2739(见第 4章);——用修改采用国际标准的 GB/T 13173—2008代替 ISO 607:1980(见第 6章)	滴定管(ISO 385)、单刻度吸量管(ISO 648) 和单刻度容量瓶(ISO 1042)均为实验室常用玻璃器皿,规定其规格后即可保证试验结果的有效性,故本标准中删除对其引用; 试验用水国家标准 GB/T 6682 为国际标准 ISO 3696 等效一致的国内标准; 试剂制备引用了国内广泛使用的行业标准 QB/T 2739,删除了详细描述; 用国家标准 GB/T 13173—2008 代替国际 ISO 607:1980,更加符合实际使用情况
4	删除了原标准中"4.5 月桂基硫酸钠"	该部分在原标准中主要作用是标定氯化苄 苏鎓标准溶液,本版本则将氯化苄苏鎓标准 溶液的标定引用了国内行业标准,因此,删 除引用
4.2	修改了硫酸标准溶液浓度	低浓度的标准溶液更利于样品 pH 的调控,同时增加其配制标准的引用
4.3	修改了 NaOH 标准溶液浓度	低浓度的标准溶液更利于样品 pH 的调控,同时增加其配制标准的引用
4.5	删除氯化苄苏鎓标准溶液具体的配制及标定 方法,增加引用了相关国内行业标准	氯化苄苏鎓为苄苯氧基氯化铵的市售适用品;增加引用标准为该国际标准转化后对应的国内行业标准
4.6	删除酸性混合指示液具体的配制方法,引用了 相关国内行业标准	增加的引用标准为该国际标准转化后对应 的国内行业标准
7.1	修改了阴离子活性物试验份的称样质量和定 容体积	修改后可以降低试验成本,同时减少环境污染物的排放量,但是不影响试验结果
7.2	修改了酚酞溶液加入量	修改后,对酚酞加入量进行了量化,且对其 变色的表述更科学准确;过多的酚酞加入会 导致其显色发生变化

表 A.1 (续)

本标准章条编号	技术性差异	原因
8.1	修改了计算公式	增加的公式拓展了应用场合,可供选择性使用; 未约分公式的使用充分地体现了计算过程, 且利于在特殊情况下使用
9	增加了试验日期和试验人员	便于试验报告的溯源





⚠ 版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网 http://www.spc.org.cn

标准号: GB/T 5173-2018 购买者: 北京中培质联 订单号: 0100210804087311

防伪号: 2021-0804-0246-1376-6677

时 间: 2021-08-04

定 价: 21元



GB/T 5173-2018

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准 表面活性剂 洗涤剂 阴离子活性物 含量的测定 直接两相滴定法

GB/T 5173-2018

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.org.cn服务热线:400-168-00102019年1月第一版

书号: 155066 • 1-62141

版权专有 侵权必究