



中华人民共和国国家标准

GB/T 18748—2002

表面活性剂和合成洗涤剂中 活性组分分离的标准测定方法

Standard test method for separation of active
ingredient from surfactant and syndet compositions

2002-05-29 发布

2002-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局

发布

前 言

本标准等效采用 ASTM D 2358:1989(1995E)《表面活性剂和合成洗涤剂中活性组分分离的标准测定方法》。

本标准与 ASTM D 2358:1989(1995E)比较存在下列差异：

- (1) 规定了使用过滤器的规格、型号；
- (2) 规定了氯化钠含量的校正,作为本标准的附录 A。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业表面活性剂标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：上海市染料研究所。

本标准主要起草人：凌佩江、肖毅、庄永斌。

本标准首次发布。

表面活性剂和合成洗涤剂
中活性组分分离的标准测定方法

GB/T 18748—2002

Standard test method for separation of active
ingredient from surfactant and syndet compositions

1 范围

本标准规定了表面活性剂和合成洗涤剂中活性组分分离和提纯及其测定方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效,所有标准都会被修订,使用本标准的各方面应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

ASTM D 1681:1992(1997)洗涤剂中合成阴离子活性组分的试验方法 阳离子滴定法

3 原理

用乙醇萃取试样中的活性组分,通过不溶物的再沉淀萃取残留的痕量活性组分。将乙醇萃取液稀释到已知体积,取合适的份额蒸发,从而测出乙醇溶解物,另测试氯化钠的含量,据此获得经校正的总活性组分的含量。

4 试剂和材料

4.1 乙醇:无水;

4.2 乙醇:质量分数为 95%;

4.3 酚酞指示剂溶液(10 g/L):按 GB/T 603 的有关规定配制;

4.4 硫酸溶液(1+100):取 1 mL 质量分数为 98%浓硫酸,加到 100 mL 水中。

4.5 丙酮-乙醚混合液(1+1):等体积的丙酮与乙醚混合。

5 仪器

常用实验室仪器,以及:

5.1 烧杯:600 mL;

5.2 玻璃坩埚式滤器:3号;

5.3 容量瓶:500 mL;

5.4 烧瓶:150 mL;

5.5 过滤烧瓶:500 mL;

5.6 单刻度移液管:100 mL;

5.7 加热装置(如蒸汽浴等适当装置)。

6 测定步骤

6.1 试样称量

根据样品中预计活性组分的不同的质量分数(%)调整试样的称样量,精确至 0.01 g。样品称量范围见下表:

活性组分预计的质量分数/%	试样的称量/g
10~25	20
25~40	15
40~60	10
60~80	7
80 以上	5

6.2 乙醇溶解物的测定

6.2.1 将试样转移到 600 mL 烧杯(5.1)中,(含水量高的液体试样应在称样后蒸发至粘稠的浆状,碱金属盐水和物高的试样应在称样后置于 105℃ 烘箱中干燥 1 h),加入微热的质量分数为 95%乙醇(4.2) 300 mL~350 mL,盖好玻璃皿,在蒸汽浴(5.7)上加热 1.5 h~2 h,其间常搅拌。

6.2.2 从蒸汽浴上移开烧杯,静止几分钟使不溶物沉淀。加 2 滴酚酞指示剂溶液(4.3)。若溶液呈红色,用硫酸溶液(4.4)中和至溶液接近中性。用量不超过 1 mL(若游离碱含量高,为使硫酸溶液用量不超过 1 mL,应适当提高硫酸溶液的浓度)。用玻璃坩埚式滤器(5.2)过滤试样醇溶液,注意尽可能将不溶物留在烧杯中,将澄清过滤液收集在过滤烧瓶(5.5)中。

6.2.3 向烧杯中的不溶物加入热的质量分数为 95%乙醇 50 mL,在蒸汽浴上煮沸,再使不溶物沉淀,然后如前所述过滤试样醇溶液。仍将不溶物留在烧杯中。

6.2.4 按 6.2.3 的方法对烧杯中的不溶物再萃取一次。

6.2.5 在蒸汽浴上蒸发掉烧杯中残留物内剩余乙醇,期间常搅拌使溶剂完全蒸发。用少量热水(不超过 10 mL)溶解不溶物,加入无水乙醇(4.1)200 mL,在蒸汽浴上煮沸,经前述操作作用过的玻璃坩埚式滤器(5.2)过滤,将滤液与原先的醇滤液合并,用热的 95%乙醇多次洗涤烧杯和残留物,同时用少量热的 95%乙醇分几次将不溶物转移到过滤器上。

6.2.6 将多次过滤后的醇溶液合并,蒸发至体积约 450 mL,转移至 500 mL 容量瓶(5.3)中,冷却至室温,用质量分数为 95%乙醇稀释至刻度,摇匀备用。

6.2.7 用移液管(5.6)吸取 100 mL 试样醇溶液(6.2.6)至称量恒重的烧瓶(5.4)中,在蒸汽浴上蒸发至干。然后于(105±2)℃的烘箱中干燥约 0.5 h,直至恒重。

6.2.8 乙醇溶解物含量的计算:

按式(1)计算试样中乙醇溶解物 A 的质量分数:

$$A(\%) = \frac{W_2 - W_1}{W_0} \times 5 \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: W_2 ——烧瓶及乙醇溶解物的总质量, g;

W_1 ——烧瓶的质量, g;

W_0 ——试样的质量, g。

6.3 总活性组分含量的计算:

按式(2)计算总活性组分的质量分数:

$$\text{活性组分}(\%) = A - C \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: A——乙醇溶解物的质量分数, %;

C——氯化钠的质量分数, % (由附录 A 测得)。

7 乙醇溶解物的提纯

- 7.1 在干燥残留物(6.2.7)中加入 50 mL 丙酮-乙醚混合液(4.5),在蒸汽浴上加温。
- 7.2 用玻璃棒搅拌,趁热用滤纸过滤,用少量丙酮-乙醚混合液洗涤滤纸几次。
- 7.3 在蒸汽浴上蒸发滤液(7.2)。在 $105\text{ C} \pm 2\text{ C}$ 的烘箱中干燥蒸余物。

注:蒸余物可用红外光谱作定性检测。

附录 A

(规范性附录)

氯化钠含量的校正

A1 试剂和材料

A1.1 丙酮

A1.2 甲基橙指示剂(10 g/L),按 GB/T 603 的有关规定配制;

A1.3 硝酸溶液(1+1),1 份体积的硝酸(含亚硝酸钠 0.3%)与 1 份体积的水混合;

A1.4 硝酸溶液(1+4);

A1.5 硝酸银标准溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.2000 \text{ mol/L}$],按 GB/T 601 规定配制和标定。

A2 仪器

A2.1 银离子选择电极;

A2.2 232 型参比电极;

A2.3 电极电位仪。

A3 定性测定

移取样品醇溶液(6.2.6)5 mL,置于试管中,用硝酸溶液(1+4)(A1.4)酸化,加几滴硝酸银标准溶液(A1.5),若试液变浑浊,即表明样品中含有氯化钠(样品中若含有肥皂、溶液也会引起浑浊)。

A4 定量测定

A4.1 移取样品醇溶液(6.2.6)100 mL 至 400 mL 烧杯中,加几滴甲基橙指示剂(A1.2),用硝酸溶液(1+4)(A1.4)酸化,稍加热,加 50 mL 丙酮。连接银离子选择电极(A2.1)、参比电极(A2.2)及电极电位仪(A2.3)。

A4.2 用硝酸银标准溶液(A1.5)滴定上述溶液(A4.1)的电位值[银离子选择电极使用前用硝酸银溶液(1+1)(A1.3)清洗]。

加 0.5 mL 硝酸银标准溶液,测量电位值,若氯化物显著存在,电位值应小于 100 mV。

以后,每次加 2 mL~3 mL 硝酸银标准溶液,直至电位值达到约 200 mV。

再以间隔 60 s~80 s 的时间,每次加入 0.1 mL 硝酸银标准溶液,并测定电位值,直至突跃出现,以确定滴定终点。同时作一空白试验。

实例:参照如下方法确定电位最大变化率并确定终点时消耗硝酸银标准溶液的体积 V_1 (mL)。

V_1/mL	emf	ΔE	ΔE^0
21.2	210	10	10
21.3	220	20	17 [☆]
21.4	240	37	12
21.5	277	25	
21.6	302		

☆为电位最大变化率。

$$\text{终点}, V_1 = 21.3 + \frac{17}{17 + 12} \times 0.1 = 21.46(\text{mL})$$

A4.3 计算

按下式(A1)计算样品中的氯化钠的质量分数:

$$\text{NaCl}(\%) = \frac{(V_1 - V_0) c \times 0.05845}{W} \times 5 \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{A1})$$

式中: V_1 ——滴定耗用的硝酸银标准溶液的体积, mL;

V_0 ——空白耗用的硝酸银标准溶液的体积, mL;

c ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;

W ——试样的质量, g。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
表面活性剂和合成洗涤剂中
活性组分分离的标准测定方法

GB/T 18748—2002

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 11 千字
2002 年 11 月第一版 2002 年 11 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-18910 定价 10.00 元
网址 www.bzcb.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 18748-2002