



中华人民共和国国家标准

GB/T 11989—2008
代替 GB/T 11989—1989

阴离子表面活性剂 石油醚溶解物含量的测定

Anionic surface active agents—
Determination of soluble matter content in light petroleum

2008-05-28 发布

2008-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 894:1977《表面活性剂 工业伯烷基硫酸钠 分析方法》(英文版)中的石油醚可萃取物的测定方法。本标准是对 GB/T 11989—1989《阴离子表面活性剂 石油醚溶解物含量的测定》的修订。

本标准代替 GB/T 11989—1989《阴离子表面活性剂 石油醚溶解物含量的测定》。

本标准与 GB/T 11989—1989 的主要变化如下：

- 明确了本标准系修改采用了国际标准 ISO 894:1977 中的部分内容；
- 增加了一项引用标准，即 GB/T 8447—1995《工业直链烷基苯磺酸》；
- 增加采用具塞量筒及虹吸管进行萃取操作的方法。

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：耿毅。

本标准首次发布于 1989 年，本次为第一次修订。

阴离子表面活性剂 石油醚溶解物含量的测定

1 范围

本标准规定了阴离子表面活性剂中石油醚溶解物含量的测定方法。

本标准适用于液体、浆状和粉状烷基苯磺酸盐、烷基磺酸盐、烷基硫酸盐中石油醚溶解物含量的测定。

注：阴离子表面活性剂中石油醚溶解物通常包括未磺(硫酸)化物和不能磺(硫酸)化物以及虽含硫，但在水中不溶解的产物。

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 8447—1995 工业直链烷基苯磺酸

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 原理

从试验份的醇水溶液用石油醚萃取石油醚可萃取物，蒸去石油醚后，干燥，称量。产物的挥发性应予以考虑。

4 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蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

- 4.1 无水硫酸钠(GB/T 9853)。
- 4.2 95%乙醇(GB/T 679)。
- 4.3 乙醇(GB/T 679)，50%(体积分数)溶液。
- 4.4 石油醚(GB/T 15894)，沸程 30℃~60℃，蒸馏残余物应不大于 0.002%(质量分数)。
- 4.5 氢氧化钠(GB/T 629)，约 0.1 mol/L 溶液。
- 4.6 酚酞(GB/T 10729)，1 g/L 指示液，按 QB/T 2739—2005 中 5.1 配制。
- 4.7 丙酮(GB/T 686)。

5 仪器

普通实验室仪器和

- 5.1 平底烧瓶，250 mL，带磨口玻璃颈。
- 5.2 玻璃冷凝器，长 300 mm。
- 5.3 分液漏斗，500 mL。
- 5.4 锥形烧瓶，250 mL。
- 5.5 具塞量筒，250 mL(或 300 mL)，带磨砂玻璃塞。
- 5.6 虹吸管，内径 3 mm~4 mm，管端内径 1 mm~2 mm，管端弯曲朝上。
- 5.7 水浴，可控温 70℃。

6 程序

6.1 试验份

于100 mL烧杯中称取约4 g~6 g阴离子表面活性剂试样(约含活性物1 g~1.5 g),称准至0.01 g。

6.2 测定

6.2.1 溶解试验份(6.1)于50 mL约70℃热水中,溶解时充分搅拌,然后边搅拌边加入50 mL乙醇(4.2),将溶液转移至500 mL分液漏斗(5.3)A中,用乙醇(4.3)将烧杯内残留物洗涤至分液漏斗,直至总体积约300 mL。

6.2.2 用酚酞(4.6)检查溶液是否呈弱碱性,根据需要用氢氧化钠溶液(4.5)调至碱性,摇匀,冷却,加入50 mL石油醚(4.4),振摇30 s,使之静置分层,必要时加入少量乙醇(4.2)破乳。

6.2.3 将下层醇水相放至另一分液漏斗(5.3)B中,加入50 mL石油醚萃取。如此用三只分液漏斗交替萃取水相共五次。

亦可采用具塞量筒及虹吸管进行萃取操作,见GB/T 8447—1995中4.3。

6.2.4 合并石油醚相于分液漏斗中,每次用50 mL乙醇(4.3)洗涤醚相,至洗液不呈碱性。将石油醚萃取液放至干燥的锥形烧瓶(5.4)中,加入10 g硫酸钠(4.1),振摇,静置30 min。用滤纸过滤到已恒重的平底烧瓶(5.1)中,用50 mL石油醚分3次~5次洗涤锥形烧瓶、硫酸钠、漏斗及滤纸,洗涤液并入平底烧瓶。

6.2.5 将冷凝器(5.2)与烧瓶连接,在70℃水浴中加热蒸发石油醚,待溶剂基本蒸干,冷却至约30℃,拆去冷凝器,加3 mL丙酮(4.7)于烧瓶中,再置水浴中蒸发,溶剂基本蒸干后,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。将烧瓶外壁擦干,置于干燥器中20 min后称量。

如含有低碱石油醚溶解物,如十二醇,尤其当含有痕量水分时,颇易挥发损失,因此驱赶溶剂,特别是吹空气流时要注意。为此,若还能嗅到溶剂气味时,就要将烧瓶冷却至室温。

6.2.6 重新将烧瓶加热至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。

7 结果的表示

7.1 计算方法

阴离子表面活性剂中石油醚溶解物含量 x 以质量分数表示,按式(1)计算:

$$x = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——石油醚萃取物的质量,单位为克(g);

m_0 ——试验份(6.1)的质量,单位为克(g)。

7.2 再现性

同一样品在两个不同实验室所得结果之差应不超过1%。