



中华人民共和国国家标准

GB/T 13530—2008
代替 GB/T 13530.1~13530.3—1992

乙氧基化烷基硫酸钠试验方法

Test methods for sodium ethoxylated alkyl sulfate

(ISO 6842:1989, ISO 6843:1988, ISO 8799:1988, MOD)

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

本标准的第4章、第5章、第6章分别修改采用对应的ISO标准。对应的修改采用ISO标准的内容,所存在的技术性差异用垂直线标示在它们所涉及调控的页边右侧空白处,并在附录B中列出了本标准的章与有关ISO标准的对应信息,给出了技术性差异及其原因一览表。

本标准是对GB/T 13530.1~13530.3—1992的整合修订。

本标准代替下列国家标准:

GB/T 13530.1—1992《乙氧基化烷基硫酸钠 总活性物含量的测定》;

GB/T 13530.2—1992《乙氧基化烷基硫酸钠 未硫酸化物含量的测定》;

GB/T 13530.3—1992《乙氧基化烷基硫酸钠 平均相对分子量的测定》。

本标准与原系列标准相比,主要变化如下:

——将GB/T 13530.1~13530.3—1992整合修订后,分别作为第4章、第5章、第6章的内容;

——修订了原标准中一些编辑性错误。

本标准的附录A、附录B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:国家洗涤剂质量监督检验中心(太原)、中国日用化学工业研究院。

本标准主要起草人:严方。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 13530.1~13530.3—1992。

乙氧基化烷基硫酸钠试验方法

1 范围

本标准规定了乙氧基化烷基硫酸钠中总活性物含量、未硫酸化物含量、平均相对分子质量的测定方法。

本标准适用于乙氧基化烷基硫酸钠的测定。

本标准的总活性物测定方法也适用于乙氧基化烷基酚硫酸钠总活性物的测定,总活性物包括可溶于乙醇的有机物:乙氧基化烷基硫酸钠(或乙氧基化烷基酚硫酸钠)、聚乙二醇硫酸盐和非离子组分;平均相对分子质量测定方法适用于每个分子中氧乙烯基团数不多于20个的乙氧基化烷基硫酸钠产品。

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 5173 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(GB/T 5173—1995, eqv ISO 2271:1989)

GB/T 13173.1—1991 洗涤剂样品分样法(eqv ISO 607:1980)

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

总活性物 total active matter
扣除氯化物后的所有乙醇溶解物。

3.2

未硫酸化物 unsulfated matter
乙氧基化烷基硫酸钠中没有硫酸化的非离子(聚乙氧基化脂肪醇、脂肪醇、烷烃)。

3.3

平均相对分子质量 mean relative molecular mass

此处系用化学法测定出乙氧基化烷基硫酸钠的质量,然后用两相滴定法测出乙氧基化烷基硫酸钠的摩尔数,每单位摩尔乙氧基化烷基硫酸钠的质量即为乙氧基化烷基硫酸钠的平均相对分子质量。

4 总活性物含量的测定

4.1 原理

试验份与乙醇在硫酸钠存在下回流沸腾,过滤,蒸发滤液,称量残余物,溶解残余物于丙酮水溶液中,用硝酸银标准滴定溶液滴定,测定其中的氯化物,用氯化物含量校正残余物的质量。

4.2 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。

注:适用于本标准所有试验。

- 4.2.1 无水乙醇(GB/T 678)。
 4.2.2 二氯甲烷。
 4.2.3 无水硫酸钠(GB/T 9853)。
 4.2.4 丙酮(GB 686):(1+1)溶液。
 4.2.5 硝酸银(GB/T 670): $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,按 QB/T 2739—2005 中 4.5 配制并标定。
 4.2.6 铬酸钾(HG/T 3440):50 g/L 指示液。

4.3 仪器

普通实验室仪器和

- 4.3.1 锥形瓶:容量 250 mL,配有磨口玻璃颈。
 4.3.2 旋转蒸发器:配有 250 mL 圆底烧瓶。
 4.3.3 冷凝器:与锥形瓶(4.3.1)相配。

4.4 取样

实验室试样应按 GB/T 13173.1—1991 的要求制备和贮存。

4.5 程序

4.5.1 试验份

称取试样(必要时加入已知的适量水使其匀化)约含 0.5 g~1.5 g 总活性物的均匀物(精确至 0.001 g)至锥形瓶(4.3.1)中。

4.5.2 测定

加无水乙醇(4.2.1) 100 mL 和无水硫酸钠(4.2.3) 100 mg 至盛有试验份(4.5.1)的锥形瓶中,装上冷凝器(4.3.3),在沸腾状态下回流 30 min。

拆开冷凝器,用无水乙醇冲洗冷凝器内壁和锥形瓶颈部,收集洗涤液于锥形瓶中,并使其澄清。

将锥形瓶内容物趁热通过快速滤纸,滤入预先干燥并称准至 1 mg 的圆底烧瓶(4.3.2)中,用约 50 mL 热无水乙醇冲洗锥形瓶,洗涤液收集至圆底烧瓶中。

用旋转蒸发器(4.3.2)在约 40℃ 时蒸发乙醇溶液。加 10 mL 二氯甲烷(4.2.2)并蒸发完后,再加 10 mL 二氯甲烷重复此步骤。让烧瓶在旋转蒸发器上继续蒸发 15 min,蒸发除去最后的痕量水。

从旋转蒸发器上取下烧瓶,于干燥器中放置 15 min,称量烧瓶和内容物。

再将烧瓶装于旋转蒸发器上蒸发 15 min,移入干燥器中放置 15 min,再称量烧瓶和内容物。重复干燥和称量步骤直至两次相称称量之差不超过 3 mg。

以 60 mL~80 mL 丙酮溶液(4.2.4)溶解残余物,加入 0.5 mL~1 mL 铬酸钾指示液(4.2.6),用硝酸银标准滴定溶液(4.2.5)滴定至溶液呈现稳定的橙红色为终点。

4.5.3 空白试验

在测定试样的同时,用同样试剂,按照相同程序进行空白试验。

4.6 结果计算

总活性物含量(A)以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$A = \frac{m_1 - 0.0585 \times c \times (V_1 - V_0)}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——硝酸银标准滴定溶液(4.2.5)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_1 ——测定氯化钠(4.5.2)耗用的硝酸银标准滴定溶液(4.2.5)的体积,单位为毫升(mL);
 V_0 ——空白试验(4.5.3)耗用的硝酸银标准滴定溶液(4.2.5)的体积,单位为毫升(mL);
 m_1 ——得到的残余物的质量,单位为克(g);
 m_0 ——试验份(4.5.1)的质量,单位为克(g);

0.058 5——氯化钠的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

注:对稀释的不均匀试样需校正。

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。

4.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.5%,以大于0.5%的情况不超过5%为前提。

5 未硫酸化物含量的测定

5.1 原理

将试验份的乙醇溶液通过阳、阴离子交换树脂的交换柱,分离出未硫酸化的非离子部分,蒸发流出液,称量残余物,得到未硫酸化物含量。

5.2 试剂

5.2.1 无水乙醇(GB/T 678)。

5.2.2 盐酸(GB/T 622):(180→1 000)稀释溶液(按体积)。

5.2.3 氢氧化钠(GB/T 629):80 g/L溶液。

5.2.4 氯化钠(GB/T 1266):饱和溶液。

5.2.5 强酸性阳离子交换树脂(GB/T 13659):苯乙烯磺酸型,001×7,粒度150 μm~300 μm。

5.2.6 强碱性阴离子交换树脂(GB/T 13660):苯乙烯季铵盐型,201×7(或201×4),粒度150 μm~330 μm。

5.3 仪器

普通试验室仪器和

5.3.1 离子交换柱:内径12 mm,长500 mm,下端有玻璃砂芯板和玻璃旋塞。

5.3.2 树脂处理柱:内径45 mm,长500 mm,下端有收缩成内径8 mm的排水管,管端装有带止水夹的乳胶管。

5.3.3 恒温水浴。

5.3.4 旋转蒸发器及底瓶同4.3.2。

5.4 程序

5.4.1 试验份

称取约含10 g阴离子活性物的试样(精确至0.001 g)于100 mL烧杯中。加无水乙醇(5.2.1)50 mL,加热至微沸,完全溶解后,通过干燥的快速滤纸滤入250 mL容量瓶中,再用无水乙醇洗净烧杯和滤纸,洗涤液并入容量瓶中,最后用无水乙醇定容,摇匀,备用。

5.4.2 离子交换树脂的处理

5.4.2.1 阳离子交换树脂的处理

取0.5 kg阳离子交换树脂(5.2.5),加二倍体积的氯化钠饱和溶液(5.2.4)浸泡24 h,倾掉氯化钠溶液,以倾泻法用水洗涤三次。用1 L盐酸溶液(5.2.2)浸泡2 h后转入树脂处理柱(5.3.2)中,再用1.5 L盐酸溶液以6 mL/min的流速通过柱后,用水洗至流出液不含氯离子。再用2.5 L氢氧化钠溶液(5.2.3)以6 mL/min的流速通过柱后,用水洗至流出液呈中性。接着用1.5 L盐酸溶液以6 mL/min的流速通过柱,最后用水洗至流出液不含氯离子。处理过的树脂贮存于试剂瓶中,用水浸泡备用。临用前2 h,取所需量的树脂用二倍体积的无水乙醇(5.2.1)浸泡。

5.4.2.2 阴离子交换树脂的处理

取0.5 kg阴离子交换树脂(5.2.6),加二倍体积的氯化钠饱和溶液(5.2.4)浸泡24 h,倾掉氯化钠溶液,以倾泻法用水洗涤三次。用1 L盐酸溶液(5.2.2)浸泡2 h后转入到树脂处理柱(5.3.2)中,再用1.5 L盐酸溶液以6 mL/min的流速通过柱后,用水洗至流出液不含氯离子。接着用2.5 L氢氧化钠溶

液(5.2.3)以6 mL/min的流速通过柱后,最后用水洗至流出液呈中性。处理过的树脂贮存于试剂瓶中,用水浸泡备用。临用前2 h,取所需量的树脂加二倍体积的无水乙醇(5.2.1)浸泡。

5.4.3 离子交换柱的填充与安装

将按5.4.2制备的离子交换树脂分别填充进两个交换柱(5.3.1)中,装入树脂层高度为300 mm,设法除去树脂间的空气泡。阳离子柱在上,阴离子柱在下,阳离子柱上方安装一个250 mL分液漏斗,保证三者的连通和连接处的密封。阴离子柱下置一干燥洁净的250 mL高型烧杯。从顶端分液漏斗加入50 mL无水乙醇(5.2.1)洗涤树脂,打开最下端旋塞,当乙醇流至液面稍高于树脂床顶部1 cm时,立即关上旋塞。弃去流出的乙醇溶液。

5.4.4 未硫酸化物的分离

用移液管移取50.0 mL试验份溶液(5.4.1)加入交换柱顶端的分液漏斗中,打开旋塞,使溶液以2 mL/min流速通过交换柱,流入柱底的烧杯中。当分液漏斗中的溶液流完后,将150 mL乙醇(5.2.1)分三次加入,洗涤分液漏斗,洗涤液进入交换柱。最后再用150 mL乙醇洗涤树脂。整个洗涤和交换过程中应保持柱内液面不低于树脂床顶部,洗涤时溶液流速控制在3 mL/min~4 mL/min。逐份转移烧杯内的流出液至干燥、洁净并经恒重(精确至0.000 2 g)的250 mL圆底烧瓶中,在温度为53℃~55℃的水浴上,并用水流泵保持一定真空,用旋转蒸发器蒸发至瓶内无流动液体,继续蒸发10 min,取下,用干燥洁净的白布将烧瓶外壁擦净,于(105±2)℃恒温干燥箱内干燥5 min,移入干燥器内冷却20 min,称量。再置旋转蒸发器上蒸发15 min,取下,擦净,置恒温干燥箱内干燥5 min,移入干燥器内冷却20 min,称量,直至连续两次称量之差小于1 mg。

5.4.5 分离结果的检验

离子交换树脂交换阴离子是否完全,可按GB/T 5173检验分离出的未硫酸化物,如阴离子活性物含量超过0.005 mmol/L,则应再生树脂后取试样溶液重新测定。

5.5 结果计算

试样中未硫酸化物(x)以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$x = \frac{5 \times m}{m_0 \times AES} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——由5.4.4中得到的残余物质量,单位为克(g);

m_0 ——通过串连离子交换柱的试验份的质量,单位为克(g);

AES——按GB/T 5173取试样测得的乙氧基化烷基硫酸钠含量, %。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后二位作为测定结果。

5.6 精密度

5.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果之差应不超过平均值的10%,以大于10%的情况不超过5%为前提。

5.6.2 再现性

对同一样品,在两个不同试验室中测定,所得结果之差应不超过平均值的12%。

注:每测定两次后离子交换树脂的交换能力减弱,需进行更换或参照5.4.2方法进行再生处理后使用。

6 平均相对分子质量的测定

6.1 原理

试验份用饱和氯化钠水溶液和乙酸乙酯-正丁醇混合液萃取分离。水相中含聚乙二醇、聚乙二醇硫酸钠及硫酸盐;有机相含乙氧基化烷基硫酸钠及未硫酸化物(乙氧基化醇、脂肪醇、烷烃)。

蒸发有机相,残余物溶于无水甲醇并过滤。将此滤液的一半通过离子交换柱,测定未硫酸化物;另

一半蒸发溶剂后称量残余物。将残余物重新溶于水,测定氯化钠及阴离子活性物含量。残余物的质量减去未硫酸化物和氯化钠的质量,即为乙氧基化烷基硫酸钠的质量。再根据两相滴定测出的乙氧基化烷基硫酸钠的摩尔数,计算其平均相对分子质量。

6.2 试剂

- 6.2.1 甲醇(GB/T 683)。
 6.2.2 95%乙醇(GB/T 679)。
 6.2.3 乙酸乙酯(GB/T 12589)-正丁醇(GB/T 12590):(9+1)混合液(按体积)。
 6.2.4 氯化钠(GB/T 1266),59 g/L 溶液。
 6.2.5 盐酸(GB/T 622)溶液,同 5.2.2。
 6.2.6 氢氧化钠(GB/T 629)溶液,同 5.2.3。
 6.2.7 硝酸银(GB/T 670), $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,同 4.2.5。
 6.2.8 铬酸钾(HG/T 3440)指示液,同 4.2.6。
 6.2.9 离子交换树脂同 5.2.5.5.2.6。

6.3 仪器

普通实验室仪器和

- 6.3.1 分液漏斗,250 mL。
 6.3.2 夹套分液漏斗,250 mL,配超级恒温水浴。
 6.3.3 旋转蒸发器及底瓶,同 4.3.2。
 6.3.4 离子交换柱(2 支),同 5.3.1。

6.4 程序

- 6.4.1 试验份:称取 5 g(称准至 0.01 g)试样(相当于含 8 mmol 阴离子活性物)至 150 mL 烧杯中。
 6.4.2 离子交换树脂的处理、离子交换柱的填充与安装按 5.4.2.5.4.3 的规定进行。
 6.4.3 萃取分离:用氯化钠溶液(6.2.4)50 mL 和乙酸乙酯-正丁醇混合液(6.2.3)50 mL 溶解试验份(6.4.1)转移该溶液至分液漏斗(6.3.1)中。用氯化钠溶液 5 mL 和乙酸乙酯-正丁醇混合液 5 mL 冲洗烧杯两次,冲洗液并入到分液漏斗中。塞好漏斗塞,剧烈摇动分液漏斗,使之分层。

将水相放至夹套分液漏斗(6.3.2)中,调温至 50℃。加 5 g 固体氯化钠并摇动至其完全溶解,再加乙酸乙酯-正丁醇混合液 50 mL 并摇动。

分层后弃去水相。将两次的有机物合并于旋转蒸发器的圆底烧瓶中。用旋转蒸发器在水流泵的减压下蒸发溶剂。水浴温度起始于 25℃,以后逐渐升温,最后升至 50℃,蒸发至干。

取下圆底烧瓶,向瓶中加入甲醇(6.2.1)10 mL 使残余物溶解。重复上述蒸发步骤。

- 6.4.4 脱盐处理:用甲醇溶解残余物,溶液通过中速滤纸收集滤液于 100 mL 容量瓶中,充分洗涤烧瓶和滤纸。最后用甲醇定容至刻度。摇匀。

- 6.4.5 用移液管移取 50.0 mL 溶液(6.4.4)至已恒重的圆底烧瓶中。用旋转蒸发器在水流泵的减压下蒸发溶剂。水浴温度起始于 25℃,以后逐渐升温,最后升至 50℃,保持 45 min。

注:在蒸发溶剂相同的条件下恒重圆底烧瓶。

取下圆底烧瓶,此时瓶中应无正丁醇气味。用洁净纱布擦干烧瓶外壁,放入干燥器中冷却 15 min。称量烧瓶及残余物。

将烧瓶再次装到旋转蒸发器上,于 50℃ 水浴中蒸发 30 min。取下烧瓶,擦干外壁,放入干燥器中冷却 15 min,第二次称量烧瓶及残余物。重复蒸发、干燥和称量步骤,直至两次相继称量之差不得超过 2 mg (m_1)。

- 6.4.6 用水溶解残余物(6.4.5),转移溶液至 1 000 mL 容量瓶中,充分洗涤圆底烧瓶,以水定容至刻度,摇匀。

用移液管移取 25.0 mL 溶液(6.4.6),按 GB/T 5173 规定,用两相滴定法测定阴离子活性物含量。

用移液管移取 50.0 mL 溶液(6.4.6)至 150 mL 锥形瓶中,加 0.5 mL~1.0 mL 铬酸钾指示液,用硝酸银标准滴定溶液(6.2.7)滴定至溶液呈稳定的橙红色即为终点。计算残余物(m_1)中所含氯化钠的质量(m_2)。

6.4.7 将剩余的 50 mL 溶液(6.4.4)通过串连好的离子交换柱(6.4.2)。调节流速至 2 mL/min~3 mL/min,用 300 mL 乙醇(6.2.2)洗涤离子交换柱。转移流出溶液至已恒重的圆底烧瓶中,用旋转蒸发器在水流泵的减压下蒸发溶剂。水浴温度起始于 25℃,以后逐渐升温,当瓶中液体蒸干后,将水浴温度升至 50℃,保持 15 min。取下圆底烧瓶,用洁净纱布擦干烧瓶外壁,放入干燥器中冷却 15 min。称量烧瓶及残余物。重复上述步骤,直至两次相继称量之差不超过 2 mg(m_3)。

6.5 结果计算

6.5.1 氯化钠质量(m_2)按式(3)计算:

$$m_2 = \frac{c_1 \times V_1 \times 58.44}{50} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

58.44——氯化钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

6.5.2 平均相对分子质量(M_r)按式(4)计算:

$$M_r = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \times 25}{c_2 \times V_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——残余物质量,单位为克(g);

m_2 ——氯化钠质量,单位为克(g);

m_3 ——未硫化物质量,单位为克(g);

c_2 ——两相滴定所用海明 1 622 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——两相滴定所消耗海明 1 622 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后个位作为测定结果。

6.6 精密度

在重复性条件下获得两次独立测定结果与其平均值的绝对差值应不超过 2,以大于 2 的情况不超过 5%为前提。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 完全鉴别样品所需的全部资料;
- b) 所用的测定方法(本国家标准编号的引用);
- c) 结果和所用的表示方法;
- d) 试验条件;
- e) 本标准未规定的或自选的任何细节,以及影响结果的任何情况。

附录 A

(资料性附录)

平均相对分子质量的分析总图

平均相对分子质量的分析总图,见图 A.1。

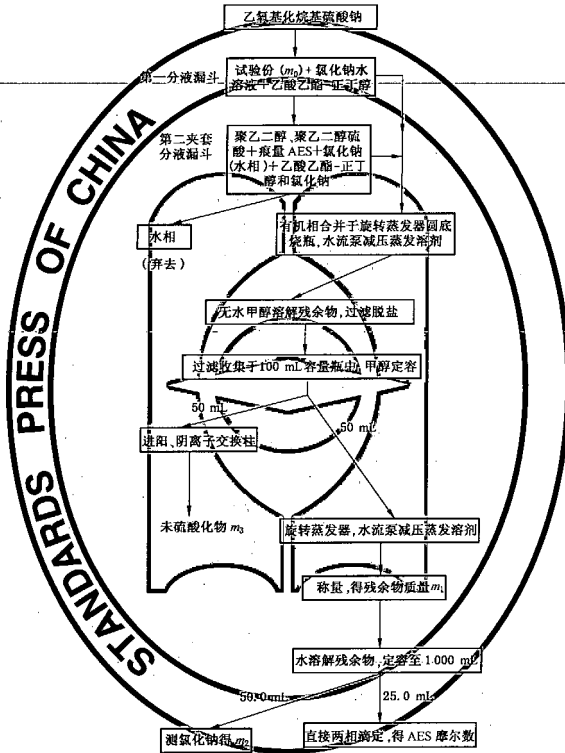


图 A.1 平均相对分子质量的分析总图

附录 B

(资料性附录)

本标准章条与有关 ISO 标准的对应信息

B.1 本标准的章与有关的 ISO 标准对应信息

本标准中的 3 章分别为修改采用了不同的 ISO 标准,对应信息见表 B.1。

表 B.1 本标准的章与有关 ISO 标准对应信息一览表

本标准章号	ISO 标准编号	ISO 标准名称	采用程度
4	ISO 6842:1989	表面活性剂 乙氧基化醇和烷基酚的硫酸盐 总活性物含量的测定	修改采用
5	ISO 8799:1988	表面活性剂 乙氧基化醇和烷基酚的硫酸盐 未硫酸化物含量的测定	修改采用
6	ISO 6843:1988	表面活性剂 乙氧基化醇和烷基酚的硫酸盐 平均相对分子量的测定	修改采用

B.2 本标准第 4 章与 ISO 6842:1989 的对比

本标准第 4 章为修改采用 ISO 6842:1989,两者间具体技术性差异及其原因见表 B.2。

表 B.2 本标准第 4 章与 ISO 6842:1989 的技术性差异及其原因

本标准章条编号	本标准第 4 章内容	ISO 章条编号	ISO 6842:1989 内容	原因
4.4	实验室试样应按 GB/T 13173.1—1991 的要求制备和贮存	6	应按 ISO 607 的标准制备和贮存表面活性剂实验室样品	它们具有等效性
4.7	在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5%,以大于 0.5% 的情况不超过 5% 为前提	8.2	在十五个实验室进行比较分析,得出如下统计结果: 平均值 [总活性物, (质量分数)]:58.67 重复性标准偏差, σ_r :0.38 再现性标准偏差, σ_R :0.94	按国内标准习惯

B.3 本标准第 5 章与 ISO 8799:1988 的对比

本标准第 5 章为修改采用 ISO 8799:1988,两者间具体技术性差异及其原因见表 B.3。

表 B.3 本标准第 5 章与 ISO 8799:1988 的技术性差异及其原因

本标准章条编号	本标准第 5 章内容	ISO 章条编号	ISO 8799:1988 内容	原因
5.2.1	无水乙醇(GB/T 678)	4.1	甲醇	视操作需要
5.2.4	氯化钠(GB/T 1266):饱和溶液	—	无	
5.2.5	强酸性阳离子交换树脂(GB/T 13659):苯乙烯磺酸型,001×7,粒度 150 μm ~300 μm	4.4	阳离子交换树脂,聚苯乙烯磺酸型,2%~3% 交联度,150 μm ~300 μm ,氢型。	效果相同
5.2.6	强碱性阴离子交换树脂(GB/T 13660):苯乙烯季铵盐型,201×7 或 201×4,粒度 150 μm ~330 μm	4.5	阴离子交换树脂:聚苯乙烯季铵盐型,2%~3% 交联度,201×4,150 μm ~330 μm ,氯型	

表 B.3 (续)

本标准 章条编号	本标准第 5 章内容	ISO 章条 编号	ISO 8799:1988 内容	原因
5.3.1	离子交换柱:内径 12 mm,长 500 mm,下端有玻璃砂芯板和玻璃旋塞	5.2	离子交换柱:内径 25 mm,长 200 mm,底部收缩并配有玻璃旋塞。离子交换树脂由底部一层 10 mm~20 mm 厚的玻璃纤维或烧结玻璃滤片支撑	修改后到达的柱分离效果相同
5.3.2	树脂处理柱:内径 45 mm,长 500 mm,下端有收缩成内径 8 mm 的排水管,管端装有带止水夹的乳胶管		无	规范化
—	无	6	按 ISO 607 规定制备和贮存表面活性剂的实验室样品	
5.4.2.1	取 0.5 kg 阳离子交换树脂,加二倍体积的氯化钠饱和溶液浸泡 24 h,倾掉氯化钠溶液,以倾泻法用水洗涤三次。用 1 L 盐酸溶液浸泡 2 h 后转入树脂处理柱中,再用 1.5 L 盐酸溶液以 6 mL/min 的流速通过柱后,用水洗至流出液不含氯离子。再用 2.5 L 氢氧化钠溶液以 6 mL/min 的流速通过柱后,用水洗至流出液呈中性。接着用 1.5 L 盐酸溶液以 6 mL/min 的流速通过柱,最后用水洗至流出液不含氯离子。处理过的树脂贮存于试剂瓶中,用水浸泡备用。临用前 2 h,取所需量的树脂用二倍体积的无水乙醇浸泡	7.2.2 和 7.3	取 1 kg 阳离子交换树脂,使在水中膨胀 48 h,转移至一适当柱中,将 5 L 盐酸溶液通过柱,用水洗至洗液呈中性。处理过的树脂可贮于水中。取所需量(25 mL)阳离子交换树脂置于一适当柱中,用 2 倍体积的甲醇洗涤	可操作性更强
5.4.2.2	阴离子交换树脂的制备 取 0.5 kg 阴离子交换树脂,加二倍体积的氯化钠饱和溶液浸泡 24 h,倾掉氯化钠溶液,以倾泻法用水洗涤三次。用 1 L 盐酸溶液浸泡 2 h 后转入到树脂处理柱中,再用 1.5 L 盐酸溶液以 6 mL/min 的流速通过柱后,用水洗至流出液不含氯离子。接着用 2.5 L 氢氧化钠溶液以 6 mL/min 的流速通过柱后,最后用水洗至流出液呈中性。处理过的树脂贮存于试剂瓶中,用水浸泡备用。临用前 2 h,取所需量的树脂加二倍体积的无水乙醇浸泡	7.2.1 和 7.3	取 1 kg 阴离子交换树脂,使在水中膨胀 48 h,转移至一适当柱中,将 5 L 氢氧化钠溶液通过柱,再通过 2 L~3 L 水。然后,通过 4 L 盐酸溶液,最后用 2 L~3 L 水洗涤。处理过的树脂可贮于水中。取所需量的阴离子交换树脂,即每次测定取 25 mL 转移到一适当的柱中。将 5 倍体积的氢氧化钠溶液通过柱,用水洗至中性,再用 1 倍~2 倍体积的甲醇洗涤	可操作性更强

表 B.3 (续)

本标准 章条编号	本标准第5章内容	ISO 章条 编号	ISO 8799:1988 内容	原因
5.4.3	将按 5.4.2 制备的离子交换树脂分别填充进两个交换柱中,装入树脂层高度为 300 mm,设法除去树脂间的空气泡。阳离子柱在上,阴离子柱在下,阳离子柱上方安装一个 250 mL 分液漏斗,保证三者的连通和连接处的密封。阴离子柱下置一干燥洁净的 250 mL 高型烧杯。从顶端分液漏斗加入 50 mL 无水乙醇洗涤树脂,打开最下端旋塞,当乙醇流出至液面稍高于树脂床顶面,立即关上旋塞。弃去流出的乙醇溶液	7.4	将按 7.3 制备的 25 mL 阳离子交换树脂和 25 mL 阴离子交换树脂于一烧杯内混合。以水量逐次将混合树脂填充进柱(5.2),用玻璃棒轻压至混合树脂体积在 50 mL~60 mL,再用 500 mL 甲醇洗涤	树脂可以再生使用
5.4.4	相当于 2 g 样品过柱,流速 2 mL/min;300 mL 乙醇洗涤,流速 3 mL/min~4 mL/min;蒸发温度 53℃~55℃;蒸发掉乙醇的圆底烧瓶继续蒸发 10 min,然后在(105±2)℃的干燥箱中干燥 5 min;恒重至相继两次称量之差小于 1 mg	7.5	相当于 5 mmol 阴离子活性物的样品过柱;样品过柱的速度和甲醇洗涤的流速均为 3 mL/min;用 450 mL 甲醇洗涤;蒸发温度为 25℃~40℃;蒸发掉甲醇的圆底烧瓶继续蒸发 15 min,然后置其于干燥器中 15 min;恒重至相继两次称量之差小于±3 mg	实际操作中恒重相对比较关键,结合实验室条件使恒重更加快速和完全
5.4.5	阴离子活性物含量按 GB/T 5173 进行检验	7.6	阴离子活性物含量按 ISO 2271 进行检验	等效采用
5.6.1	在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 10%,以大于 10% 的情况不超过 5% 为前提。	8.2	在十五个实验室对未硫酸化物含量平均值分别为 0.6% (质量分数) 和 2.3% (质量分数) 的两个样品进行对比分析,得出如下统计结果: 重复性标准偏差, σ_r : 0.18 再现性标准偏差, σ_R : 0.39	按国内标准习惯
5.6.2	对同一样品,在两个不同试验室中测定,所得结果之差应不超过平均值的 12%			

B.4 本标准第 6 章与 ISO 6843:1988 的对比

本标准第 6 章为修改采用 ISO 6843:1988,两者间具体技术性差异及其原因见表 B.4。

表 B.4 本标准第 6 章与 ISO 6843:1988 的技术性差异及其原因

本标准 章条编号	本标准第 6 章内容	ISO 章条 编号	ISO 6843:1988 内容	原因
6.2	6.2.1 甲醇。 6.2.2 95%乙醇。 6.2.8 铬酸钾指示液	4	4.1 甲醇	实际使用试剂
6.3.4	离子交换柱:内径 12 mm,长 500 mm	5.7	离子交换柱:内径 25 mm,长 200 mm	结合国内的仪器选择离子交换柱分离更好

表 B.4 (续)

本标准 条款编号	本标准第 6 章内容	ISO 条款 编号	ISO 6843:1988 内容	原因
6.4.1	称取 5 g(称准至 0.01 g)试样(相当于含 8 mmol 阴离子活性物)至 150 mL 烧杯中	7.1	称取相当于 25 mmol 阴离子活性物含量(称准至 0.1 g)样品于 100 mL 烧杯中	按实际柱分离情况而定
6.4.3	5 mL 氯化钠和乙酸乙酯-正丁醇混合液分 2 次洗涤;分层后弃去水相;蒸发温度起始 25℃,最后升至 50℃;10 mL 甲醇溶解蒸发残余物	7.5.1	几毫升氯化钠和乙酸乙酯-正丁醇混合液洗涤;50℃下蒸发;30 mL 甲醇溶解蒸发残余物并沸腾回流 3 min	按具体实验设计而定
6.4.7	过柱速度为 2 mL/min ~ 3 mL/min;300 mL 甲醇洗涤;从 25℃起始最后在 50℃下蒸发甲醇溶液;干燥器内冷却 15 min;恒重至两次相继称量之差不超过 2 mg	7.5.2	过柱速度为 5 mL/min;100 mL 甲醇洗涤;50℃下蒸发甲醇溶液;残余物于 105℃下干燥至恒重	按具体实验设计而定
6.4.5 和 6.4.6	50 mL 滤液于起始 25℃,终温 50℃的旋转蒸发器上蒸发后的残余物溶解于 1 000 mL 容量瓶中,取 25 mL 按 GB/T 5173 测定阴离子含量;取 50 mL 用铬酸钾作指示剂测定氯化钠含量	7.5.3	50 mL 滤液在氮气流蒸发,并在 105℃干燥的残余物溶解于 50 mL 水中,取 10 mL 按 ISO 2271 测定阴离子含量	按具体实验设计而定
6.6	乙氧基化烷基硫酸钠平均相对分子质量两次测定结果与其平均值之差应不超过 2(绝对值),大于 2 的情况以不超过 5%为前提	8.2	没有给出具体的要求	按国内标准习惯

江苏省标准化研究院馆藏

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
乙氧基化烷基硫酸钠试验方法
GB/T 13530—2008

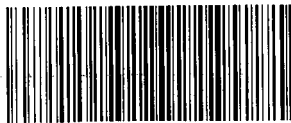
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

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 1 字数 24 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-32861 定价 16.00 元



GB/T 13530—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