



中华人民共和国国家标准

GB/T 8447—1995

工业直链烷基苯磺酸

Industrial linear alkylbenzene sulfonic acid

1995-12-08 发布

1996-08-01 实施

国家技术监督局 发布

GB/T 8447-1995《工业直链烷基苯磺酸》第 1 号修改单

本修改单(经国家技术监督局于 1996 年 11 月 12 日以技监国标函(1996)185 号文批准,自 1997 年 2 月 1 日起实施。

4.2.4.2 条第 4 行中总体积“200ml”更改为“20ml”。

刊载于 1997 年第 1 期《中国标准化》

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 直 链 烷 基 苯 磺 酸
GB/T 8447--1995

*

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:8522112
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
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 12 千字
1996 年 8 月第一版 1996 年 8 月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066 · 1-12460 定价 8.00 元

*

标 目 288—27

中华人民共和国国家标准

GB/T 8447—1995

工业直链烷基苯磺酸

代替 GB 8447—87
GB 8448—87

Industrial linear alkylbenzene sulfonic acid

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业直链烷基苯磺酸的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存条件。本标准适用于以三氧化硫磺化工艺生产的工业直链烷基苯磺酸。

烷基苯磺酸分子式：



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

GB/T 5173 洗涤剂中阴离子活性物的测定 直接两相滴定法

GB 5178 工业直链烷基苯磺酸钠平均相对分子量的测定 气液色谱法

3 技术要求

3.1 外观

棕色粘稠液体。

3.2 理化指标

工业直链烷基苯磺酸的物理化学指标应符合表 1 规定。

表 1

项 目	指 标		
	优级品	一级品	二级品
烷基苯磺酸含量, %	≥ 97	96	95
游离油含量, %	≤ 1.5	2.0	2.5
硫酸含量, %	≤ 1.5	1.5	1.5
色泽, Klett	≤ 35	50	100

4 试验方法

4.1 烷基苯磺酸含量的测定

按照 GB/T 5173 的规定进行。计算中所需的烷基苯磺酸平均相对分子量,按照 GB 5178 测得烷基苯的平均相对分子量再加 80 即得。

国家技术监督局 1995-12-08 批准

1996-08-01 实施

4.2 游离硫酸含量的测定

注：4.2 条等效采用国际标准 ISO 6844—1983《表面活性剂—无机硫酸盐含量的测定—滴定法》。

4.2.1 原理

以双硫脲作指示剂，用硝酸铅标准溶液滴定缓冲的试样丙酮溶液。

4.2.2 试剂

分析中，只使用认可的分析纯试剂、蒸馏水或纯度相当的水。

4.2.2.1 丙酮(GB 686)。

4.2.2.2 硝酸(GB 626)， $c(\text{HNO}_3) \approx 1 \text{ mol/L}$ 溶液。4.2.2.3 氢氧化钠(GB 629)， 1 mol/L 溶液。4.2.2.4 硝酸铅(HG 3—1070)， $c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.01 \text{ mol/L}$ 标准溶液。

4.2.2.4.1 配制

将 3.5 g 硝酸铅溶解于 1 000 mL 水中，混匀。

4.2.2.4.2 标定

用移液管移取 20 mL $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 的硫酸标准溶液(其配制和标定按 GB 601 第 4 条)于 100 mL 容量瓶中，加水到刻度，摇匀，分别移取该溶液 5.0, 10.0, 15.0 mL 于锥形瓶中，按 4.2.4.2 规定进行操作。

4.2.2.4.3 计算

硝酸铅标准溶液浓度按式(1)计算：

$$c = \frac{\frac{20}{100} \times c_1 \times V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中： c ——硝酸铅($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$)标准溶液的浓度， mol/L ；

c_1 ——硫酸标准溶液的浓度， mol/L ；

V_1 ——所用硫酸标准溶液的体积， mL ；

V ——消耗硝酸铅溶液的体积， mL 。

4.2.2.5 二氯乙酸铵缓冲溶液， $\text{pH} = 1.5 \sim 1.6$ ，在 70%~85%(V/V)丙酮介质中的表观 pH 为 4.1 ± 0.2 。

将 67 mL 二氯乙酸加至约 250 mL 水中，在酸度计或精密 pH 试纸指示下，小心地用 18%(m/m)的氨水中和至 $\text{pH} = 7$ 。待其冷却后再加入 33 mL 二氯乙酸，并稀释到 600 mL。

4.2.2.6 1,5-二苯基硫巴脲(双硫脲)($\text{C}_6\text{H}_5\text{—NH—NHCSN=NC}_6\text{H}_5$)，0.5 g/L 丙酮溶液贮于暗色瓶中，一周后弃去。

4.2.3 仪器

普通实验室仪器和：

4.2.3.1 烧杯，150 mL。

4.2.3.2 单刻度容量瓶，100 mL。

4.2.3.3 锥形瓶，250 mL。

4.2.3.4 移液管，5, 10, 15, 20 mL。

4.2.3.5 刻度移液管，1 或 2 mL。

4.2.3.6 滴定管，25 mL。

4.2.3.7 刻度量筒，100 mL。

4.2.4 测定程序

4.2.4.1 试验份

根据预计的硫酸含量,称取表1中规定量的试样(准确至0.001 g)于烧杯(4.2.3.1)中。试验份质量见表2。

表2 试验份质量

样品中预计的硫酸含量, %	试验份质量 ¹⁾ , g
<0.5	7~10
0.5~6.0	3~4
>6.0	<3 ¹⁾

注: 1) 硫酸含量大于6%的产品,称取的试验份中应含0.1~0.2 g 硫酸。

4.2.4.2 测定

用50 mL水溶解试验份(4.2.4.1),定量转移到100 mL容量瓶(4.2.3.2)中,用水稀释到刻度,摇匀。

按表3中列出的预计硫酸含量,用移液管(4.2.3.4)移取相应体积的试液至锥形瓶(4.2.3.3)中,加水至总体积为200 mL,加入1 mL双硫脲溶液(4.2.2.6)。加入氢氧化钠(4.2.2.3)至溶液呈红色,再逐滴加入硝酸(4.2.2.2)至出现绿色,然后加入2 mL二氯乙酸铵缓冲溶液(4.2.2.5)和80 mL丙酮(4.2.2.1)。加入丙酮后立即用硝酸铅标准溶液(4.2.2.4)滴定该缓冲了的丙酮溶液,至得到可稳定15 s的砖红色,即是反应终点。

注: ① 测定时溶液的起始表观pH值必须调整至 4.1 ± 0.2 , pH<4时,反应不能化学定量,测定中pH明显减小。

② 终点时丙酮含量应在70%~85%(V/V)之间。

表3 测定用试液体积

预计硫酸含量(m/m), %	移取试液体积, mL
>3	5.0
1~3	10.0
0.5~1.5	15.0
<0.5	20.0

4.2.5 结果的表示

4.2.5.1 计算方法

烷基苯磺酸中硫酸含量质量百分数 X_1 按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{0.098 V_2 C}{m_0 V_0} \times 10^4 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_0 ——试验份(4.2.4.1)的质量, g;

V_0 ——测定时移取的试液(4.2.4.2)体积, mL;

V_2 ——滴定(4.2.4.2)消耗的硝酸铅标准溶液(4.2.2.4)体积, mL;

C ——硝酸铅标准溶液(4.2.2.4)的浓度, mol/L;

0.098——硫酸(H_2SO_4)的毫摩尔质量, g/m mol。

采用说明:

1] 本标准规定的试验份质量比ISO 6844约减少25%。

4.2.5.2 精密度

同一分析者用同一仪器、对同一样品同时或紧接着进行的两次测定所得结果最大偏差,不应超过平均值的 0.037 倍。两个不同实验室对同一样品得到结果之差不应超过平均值的 0.17 倍。

4.3 游离油含量的测定

游离油包括未磺化物和不可磺化物及虽含硫但在水溶液中不离解的化合物。

4.3.1 原理

用石油醚从磺酸试验份中和后的醇水溶液中萃取游离油。

4.3.2 试剂

分析过程中,只使用分析纯试剂和去离子水或纯度相当的水。

4.3.2.1 95%乙醇(GB 679)。

4.3.2.2 石油醚(HG 3—1003),沸程 30~60℃,(残余物应不大于 0.002%)。

4.3.2.3 氢氧化钠(GB 629),约 140 g/L 水溶液。

4.3.2.4 丙酮(GB 686)。

4.3.2.5 酚酞,1 g/L 的 95%乙醇溶液。

4.3.3 仪器

普通实验室仪器和:

4.3.3.1 具塞量筒,250 mL(或 300 mL),磨砂玻塞。

4.3.3.2 虹吸管,内径 3~4 mm,管端内径 1~2 mm,管端弯曲朝上。

4.3.3.3 平底烧瓶,250 mL,带磨砂玻璃颈和与之配套的分馏柱和冷凝管,组成溶剂回收装置。

4.3.4 测定程序

4.3.4.1 试验份

称取 10 g 工业直链烷基苯磺酸的实验室样品(准确至 1 mg)至 250 mL 烧杯中。

4.3.4.2 测定

向盛有试验份(4.3.4.1)的烧杯加入 50 mL 乙醇(4.3.2.1)和少量水,使样品溶解,滴入 2~3 滴酚酞指示剂(4.3.2.5),用氢氧化钠溶液(4.3.2.3)中和到呈粉红色,转移到具塞量筒(4.3.3.1),用水洗涤烧杯,洗涤水并入量筒,最终体积约 125 mL,加入 50 mL 石油醚(4.3.2.2),盖紧量筒塞,上下摇动几次,小心地打开塞子,用少量石油醚冲洗塞子及量筒壁。静置分层后,插入虹吸管(4.3.3.2),管口高于石油醚-醇水层界面约 3 mm,将上层清液虹吸至预先称量过的平底烧瓶(4.3.3.3)中。注意勿将下层醇水溶液吸出。按上述操作重复萃取四次,萃取液并入平底烧瓶中,装好回收溶剂装置,在 60~70℃水浴上回收溶剂,直到无馏出物流出为止。取下平底烧瓶,放在水浴上,加 2 mL 丙酮插入吹气管到离瓶底 5 cm 处,缓缓通入干燥的冷气流,除去痕量溶剂。将平底烧瓶外壁用干净纱布擦干,放入干燥器中冷却干燥 15 min 后称量。

重复将平底烧瓶在水浴上加热,然后取下擦干,冷却、吹气 1 min,干燥器内干燥、称量,直至前后两次称量之差小于 2 mg 为恒重。

4.3.5 计算

烷基苯磺酸中游离油含量质量百分数 X_2 按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m \times 100}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_0 ——试验份(4.3.4.1)的质量, g;

m ——石油醚萃取物的质量, g。

两次平行试验的差数应不超过 0.2%。

4.4 色泽的测定

4.4.1 原理

用氢氧化钠水溶液中和样品至 $\text{pH}=8$, 加热水解少量磺酞, 再将样品水溶液 pH 值调到 8, 得到 5% 烷基苯磺酸钠水溶液, 以克莱特(Klett)光电比色计测得其克莱特(Klett)色泽值, 代表工业烷基苯磺酸的色泽值。

4.4.2 试剂

分析过程中只使用分析纯试剂和去离子水或纯度相当的水。

4.4.2.1 氢氧化钠(GB 629), 1 mol/L 溶液。

4.4.2.2 盐酸(GB 622), 1 mol/L 溶液。

4.4.3 仪器

普通实验室仪器和:

4.4.3.1 克莱特光电比色计(Klett-Summerson), 附有 42 号蓝色滤光片, 波长范围 $400\sim 465\ \mu\text{m}$, 40 mm 比色池。

4.4.3.2 pH 计, 分度值 0.1 pH 单位, 配有甘汞电极和玻璃电极。

4.4.4 测定程序

4.4.4.1 试验份

称取 4.7 g 工业直链烷基苯磺酸的实验室样品(中和后相当于 5.0 g 烷基苯磺酸钠盐)于烧杯中, 加 50 mL 水, 用氢氧化钠溶液(4.4.2.1)中和至 $\text{pH}=8$ 。碱过量时, 可用盐酸溶液(4.4.2.2)调整。将此烧杯放在沸水浴上水解 25 min。

冷却后, 将溶液重新调到 $\text{pH}=8$, 将烧杯中溶液转移到 100 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度。

4.4.4.2 仪器准备¹⁾

将 42 号蓝色滤光片插入规定位置, 开启光源灯电源前, 检查检流计指针应处于零点位置(刻度中央)。必要时, 调节检流计顶部零旋钮(D)使指针至零位(此后仪器工作过程中不应再触动此旋钮)。将比色池注入去离子水, 擦净后, 取 40 mm 光程放入比色池室并盖上盖。此时检流计指针略有偏移, 用旋钮(A)将指针调到零。然后接通光源灯电源, 指针略有偏移, 用调零旋钮(G)将指针调回到零位, 光源灯开启几分钟, 仪器达到平衡, 再校正指针确保零位。即准备完毕。

注: 1) 本条根据仪器说明书制定, 有关英文符号代表的名称与仪器说明书相同。

4.4.4.3 测定

取出比色池, 倒去水, 用待测溶液冲洗比色池, 然后装入待测溶液, 无论是参比溶液或待测溶液的液面均不得低于 5 cm。将比色池擦净, 放入比色池室, 盖上盖, 检流计指针将有偏转, 用旋钮(A)将指针调到零位。此时旋钮(A)刻度盘上读数即为样品溶液的克莱特(Klett)色泽值。

取两次平行测定的平均值为测定结果。

4.4.4.4 精密度

两次平均测定结果之差不得大于 4 个克莱特单位。

5 检验规则

5.1 工业直链烷基苯磺酸以一次交货为一批。

5.2 工业直链烷基苯磺酸出厂前, 应由生产厂的质量检验部门按照本标准中所规定的试验方法检验合格, 并签发合格证或检验报告单。收货单位凭合格证, 按本标准验收。

5.3 收货单位如发现产品质量不符合本标准规定的技术要求, 应在货到一个月内向生产厂提出交涉。如有容器和印封损坏, 应立即向生产厂和运输部门交涉。

5.4 取样

5.4.1 根据批量大小按表 4 决定样本大小。

GB/T 8447—1995

表 4

批量(桶)	样本大小(桶数)
50 以下	3(不小于 2)
50~100	5
101~200	7
200 以上	8

5.4.2 取样时用一直径为 15 mm 的长玻璃管插至桶底,从各样桶内等量采取,取样数量共 1.5 kg。混匀后分装于三个清洁、干燥的磨口塞瓶内,贴好标签。交收双方各持一份检验报告,第三份由交货方保存,备仲裁检验用,保存期为一个月。

5.5 检验结果按修约值比较法判定合格与否,如有一项指标不合格,可加倍取样对不合格项复验。交收双方如对检验结果有争议,可商请仲裁机构检验裁定。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业直链烷基苯磺酸容器外必须用耐酸油漆标明下列标志:产品名称、等级、生产日期、批号、毛重、净重、生产厂名等。如系供出口产品应标明“中华人民共和国制造”。

6.2 工业直链烷基苯磺酸必须用内衬耐酸涂料的金属圆桶、塑料桶或不影响产品质量的容器包装。

6.3 装入工业直链烷基苯磺酸前,容器必须严格检查。保证清洁、无水、不漏。产品装入容器时应留有空隙,装入烷基苯磺酸后需盖紧,并加印封。

附加说明:

本标准由中国轻工总会提出。

本标准由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本标准由中国日用化学工业研究所和南京烷基苯厂研究所负责起草。

本标准主要起草人:孙明和、吴裕生、吴今、朱传家。



GB/T 8447-1995

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-12460

定价: 8.00 元

*

标目 288—27