

表面活性剂产品工业分析

毛培坤 编



化学工业出版社

表面活性剂产品工业分析

毛培坤 编

化学工业出版社
·北京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

表面活性剂产品工业分析/毛培坤编. —北京: 化学工业出版社, 2002.12
ISBN 7-5025-4174-8

I. 表… II. 毛… III. 表面活性剂-工业分析
IV. TQ423

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 070563 号

表面活性剂产品工业分析

毛培坤 编

责任编辑: 王秀鸾

责任校对: 洪雅姝

封面设计: 张昊

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

化学工业出版社印刷厂印刷

三河市前程装订厂装订

开本 787 毫米×1092 毫米 1/16 印张 39 $\frac{3}{4}$ 字数 992 千字

2003 年 1 月第 1 版 2003 年 1 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-4174-8/TQ·1639

定 价: 86.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

内 容 提 要

本书共分九章，分别为合成洗涤剂常规分析、合成洗涤剂原料分析、合成洗涤剂生产控制分析、表面活性剂常规分析、表面活性剂基础分析、表面活性剂结构分析、表面活性剂分离分析、未知物分析和溶液配制。内容丰富，覆盖面广，注重实用，内容新颖。

本书可供轻工、化工等部门从事洗涤剂和化妆品的生产技术人员、检验人员及商业外贸部门的供销人员使用。

前 言

近年来,国内外的洗涤剂行业发生了巨大的变化,无论是洗涤剂的产量,还是表面活性剂的品种、设备生产能力,以及从事生产和科研的人才都在几倍,甚至几十倍地增长,新产品和新品种不断出现。根据《中华人民共和国标准化法》“对需要在全国范围内统一的技术要求应当制定国家标准”的要求,目前国家轻工业局和国家石油和化学工业局已基本完成了合成洗涤剂、表面活性剂和化工原料的标准化工作,同时因多年来教学、科研的需要,编者也积累了许多有价值的资料,为了满足业内读者的要求,编写了《表面活性剂产品工业分析》。本书的出版,归功于为标准化工作作出辛勤劳动的撰稿人和长年工作在生产和科研第一线的广大分析人员。本书同时参考了国内外著作和文献,在此我代表读者向原作者致谢。

本书共分九章,分别是合成洗涤剂常规分析,合成洗涤剂原材料分析,合成洗涤剂生产控制分析,表面活性剂常规分析,表面活性剂基础分析,表面活性剂结构分析,表面活性剂分离分析,未知样品分析和溶液配制。

在本书中未加说明的分析用水均指蒸馏水或去离子水,未注明级别的分析用试剂均指二级试剂。

本书编写过程中金陵石化公司南京烷基苯厂总工黄笑雷、质管处处长黄爱忠提供了烷基苯生产控制分析的最新资料,中国表面活性剂洗涤用品标准化中心耿馥高级工程师提供了标准化信息和最新报批资料,上海石化股份有限公司环保研究所刘卫国高工提供了烷基磷酸酯分析的宝贵资料,芜湖合成洗涤剂总厂质检科长金玉华工程师审阅了有关生产控制分析的相关内容,同时还得到编者工作单位江南大学化学与材料工程学院的领导和同事的热情支持和帮助,在此一并致谢。

编者在新型表面活性剂,高效乳化剂,新型沐浴露,洗发水,化妆品等方面都有独特技术,十分愿意与国内外有志于在本行业获得新发展的同行取得联系 [电话:(0510)5867009]。

限于水平,本书的错误和缺点在所难免,殷切希望读者批评指正。

江南大学(原无锡轻工大学)

化学与材料工程学院教授

毛培坤

2002年5月

目 录

第一章 合成洗涤剂常规分析	1	二十六、已知钙硬度水的制备	41
第一节 洗衣粉	1	第二节 洗衣皂粉	42
一、粉状洗涤剂颗粒度的测定	1	一、总表面活性剂含量的测定	43
二、粉状洗涤剂表观密度的测定 (给定 体积称量法)	2	二、脂肪酸钠对总表面活性剂比率的测定	43
三、洗涤剂中总活性物含量的测定	3	三、pH值的测定	44
四、洗涤剂中各种磷酸盐的分离测定 (离子交换柱色谱法)	4	四、水分及挥发物含量的测定	44
五、洗衣粉中4A沸石含量的测定	7	五、对油污布去污力的测定	44
六、洗衣粉中总五氧化二磷含量的测定	9	六、表面活性剂生物降解度的测定	44
七、洗衣粉中总二氧化硅含量的测定	11	七、四聚丙烯烷基苯磺酸盐和烷基酚聚氧 乙烯醚的定性鉴定	44
八、洗衣粉pH值的测定	13	第三节 洗衣膏	45
九、衣料用洗涤剂去污力的测定	13	一、外观的测定	45
十、衣料洗涤剂性能比较试验 (循环洗涤 白棉对照布法)	16	二、色泽的测定	45
十一、洗衣粉中四聚丙烯烷基苯磺酸盐和 烷基酚聚氧乙烯醚的定性鉴定	17	三、总固体含量的测定	45
十二、洗衣粉中水分及挥发物含量的测定 (烘箱法)	19	四、膏体稳定性试验	45
十三、洗涤剂中阴离子活性物含量的测定 (直接两相滴定法)	20	五、总表面活性剂含量的测定	45
十四、洗涤剂中非离子表面活性剂含量的 测定 (离子交换法)	22	六、三聚磷酸钠含量的测定	45
十五、洗涤剂中阳离子活性物含量的测定 (直接两相滴定法)	24	七、4A沸石含量的测定	45
十六、洗涤剂中碳酸钠含量的测定	25	八、EDTA含量的测定	45
十七、洗涤剂中无机硫酸盐含量的测定	26	九、pH值的测定	45
十八、洗涤剂中甲苯磺酸盐含量的测定	28	十、去污力的测定	45
十九、肥皂和洗涤剂中EDTA (螯合剂) 含量的测定 (滴定法)	30	十一、表面活性剂生物降解度的测定	45
二十、洗衣粉白度的测定	31	第四节 衣料用液体洗涤剂	46
二十一、洗衣粉中活性氧含量的测定 (滴定法)	32	一、外观和气味的测定	46
二十二、加酶洗涤剂中碱性蛋白酶活力 的测定	33	二、稳定性试验	46
二十三、洗涤剂发泡力的测定 (Ross-Miles法)	35	三、表面活性剂含量的测定	46
二十四、洗涤剂中羧甲基纤维素钠含量 的测定	37	四、pH值的测定	46
二十五、洗涤剂样品分样法	39	五、泡沫的测定	46
		六、去污力的测定	46
		第五节 无磷织物洗涤剂 (环境标志 产品)	46
		一、产品含磷量的检测	47
		二、产品皮肤刺激实验	47
		第六节 通用水基金属净洗剂	49
		一、试片和试液的制备	49
		二、外观的测定	51
		三、pH值的测定	51
		四、净洗力的测定	51
		五、腐蚀性试验	52

六、防锈性试验	53	第十节 洗发膏	72
七、泡沫性试验	53	一、耐热试验	72
八、高、低温稳定性试验	53	二、耐寒试验	72
九、水分及挥发物含量的测定	53	三、泡沫试验	72
十、漂洗性能试验	54	四、pH值的测定	72
第七节 手洗餐具用洗涤剂	54	五、活性物含量的测定	72
一、外观和气味测定	54	六、膏体的检验	73
二、总活性物含量的测定	54	七、香气的检验	73
三、pH值的测定	56	八、色泽的检验	73
四、去污力的评价	56	九、容量允差的检验	73
五、荧光增白剂的限量试验	59	第十一节 其他洗涤剂的测定	73
六、甲醇含量的测定	59	一、硬表面清洗剂的洗净率的测定	73
七、甲醛含量的测定	60	二、玻璃清洗剂去污力的测定	73
八、砷的测定	62	三、干洗剂的KB值的测定	74
九、重金属限量试验	64	四、原毛洗涤剂去污效能的测定	74
十、微生物检验	65	参考文献	75
十一、表面活性剂的生物降解度检验	65	第二章 合成洗涤剂原材料分析	76
十二、净含量的测定	65	第一节 工业硫磺	76
第八节 浴液	65	一、硫含量的测定	76
一、外观的测定	66	二、水分含量的测定	76
二、气味的测定	66	三、灰分含量的测定	76
三、总活性物含量的测定	66	四、酸度的测定	77
四、pH值的测定	68	五、有机物含量的测定	78
五、耐热稳定性试验	68	六、砷含量的测定	81
六、耐寒稳定性试验	68	七、铁含量的测定	84
七、甲醇含量的测定	68	八、粉状硫磺筛余物的测定	85
八、砷含量的测定	68	九、200℃时加热残渣的测定	85
九、重金属含量的测定	68	十、氯化物含量的测定	86
十、表面活性剂生物降解度的测定	68	十一、硒含量的测定	87
十一、瓶装质量的测定	68	第二节 钒催化剂	89
第九节 洗发液	69	一、催化剂活性检验	89
一、外观的测定	69	二、颗粒径向抗压碎强度的测定	92
二、色泽的测定	69	三、颗粒磨耗率的测定	92
三、香气的测定	69	四、烧失重的测定	93
四、pH值的测定	70	五、分析用试样和溶液的制备	93
五、粘度的测定	70	六、五氧化二钒含量的测定(高锰酸钾 容量法)	93
六、有效物含量的测定	70	七、硫酸钾含量的测定	94
七、泡沫的测定	71	八、二氧化硅含量的测定(重量法)	95
八、细菌总数的测定	71	九、三氧化二铁含量的测定	95
九、粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄色葡萄 球菌的测定	71	十、催化剂活性检验装置的技术指标和 校验	97
十、铅、砷、汞的检验	71	第三节 工业氢氧化钠	97
十一、耐热试验	71	一、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	97
十二、耐寒试验	71	二、氢氧化钠含量的测定	99
十三、清晰度的测定	71	三、碳酸钠含量的测定	99
十四、质量要求的检验	72		

四、氯化钠含量的测定(汞量法)	101	三、铁含量的测定	133
五、铁含量的测定(邻菲罗啉光度法)	103	四、硫酸盐含量的测定	133
六、硅含量的测定(还原硅钼酸盐分光光度法)	105	五、水不溶物含量的测定	134
七、钙、镁总含量的测定(络合滴定法)	107	六、烧失量的测定	135
八、汞含量的测定(双硫脲光度法)	107	七、堆积密度的测定	135
第四节 工业三聚磷酸钠	109	八、粒度的测定	136
一、白度的测定	109	第九节 工业无水硫酸钠	136
二、总五氧化二磷含量的测定(磷钼酸喹啉重量法)	111	一、硫酸钠含量的测定	136
三、不同形式磷酸盐的分离方法	112	二、水不溶物含量的测定	137
四、水不溶物含量的测定	112	三、钙、镁总含量的测定	137
五、灼烧损失的测定	112	四、氯化物含量的测定	138
六、铁含量的测定(2,2'-联吡啶分光光度法)	113	五、铁含量的测定	139
七、pH值的测定(电位计法)	114	六、水分含量的测定	140
八、颗粒度的测定	115	七、pH值的测定	141
九、表观密度的测定(给定体积称量法)	115	八、白度的测定	141
十、氮的氧化物含量的测定(3,4-二甲苯酚分光光度法)	117	九、筛余物的测定	141
十一、I型含量的测定	118	第十节 洗涤剂用羧甲基纤维素钠	141
第五节 洗涤剂用4A沸石	119	一、水分及挥发物含量的测定	141
一、钙交换能力的测定	120	二、粘度的测定	141
二、粒度分布及平均粒径的测定	122	三、pH值的测定	142
三、白度的测定	123	四、醚化度的测定	142
四、pH值的测定	123	五、纯度的测定	144
五、灼烧失重的测定	123	六、筛分试验	144
第六节 聚丙烯酸盐	123	第十一节 荧光增白剂	145
一、外观的测定	123	一、荧光增白剂VBL	145
二、pH值的测定	123	二、荧光增白剂DCB	148
三、总固体含量的测定	123	三、荧光增白剂DT	148
四、钙螯合力的测定	123	四、荧光增白剂BSB-2	149
五、分散力的测定	124	第十二节 洗涤剂用碱性蛋白酶制剂	150
第七节 工业硅酸钠	126	第十三节 工业酶制剂通用试验法	151
一、铁含量的测定	126	一、外观及气味检查	151
二、水不溶物含量的测定	127	二、酶活力的测定	151
三、密度的测定	128	三、干燥失重的试验方法	162
四、氧化钠含量的测定	128	四、细(粒)度的试验法	162
五、二氧化硅含量的测定	129	五、容重的试验法	163
六、模数测定	129	六、pH值的试验法	163
七、可溶性固体总含量的测定	130	七、洗涤剂用酶制剂崩解(溶解)时间的试验法	164
第八节 工业碳酸钠	130	八、酶活力保存率的计算法	164
一、总碱量的测定	130	九、卫生要求的检验	164
二、氯化物含量的测定	131	第十四节 工业过硼酸钠	165
		一、过硼酸钠含量的测定	165
		二、pH值的测定	165
		三、铁含量的测定	165
		四、细度的测定	166
		第十五节 天然脂肪醇	166

一、外观的测定	167	五、伯胺、仲胺含量的测定	200
二、熔点的测定	167	第二十二节 工业用一乙醇胺	200
三、色泽的测定(铂-钴色度法)	167	一、总胺量的测定	201
四、酸值的测定	168	二、沸程的测定	201
五、皂化值的测定	169	三、水分含量的测定	201
六、碘值的测定	169	四、相对密度的测定	201
七、羟值的测定	170	五、色泽的测定	202
第十六节 工业环氧乙烷	172	第二十三节 工业用二乙醇胺	202
一、外观的测定	172	一、二乙醇胺含量的测定	202
二、环氧乙烷含量的测定	172	二、一乙醇胺含量的测定	203
三、总醛含量的测定	173	三、三乙醇胺含量的测定	205
四、水分含量的测定	174	四、相对密度的测定	205
五、酸度的测定	181	五、水分含量的测定	206
六、氯化物含量的测定	183	第二十四节 工业用三乙醇胺	206
第十七节 工业环氧丙烷	183	一、外观的测定	206
一、外观的测定	184	二、色泽的测定	206
二、色度的测定	184	三、三乙醇胺含量的测定	206
三、酸度的测定	184	四、水分含量的测定	207
四、水分含量的测定	184	第二十五节 对甲苯磺酸钠	207
五、总醛含量的测定	184	一、水分及挥发物含量的测定	207
六、环氧乙烷含量的测定	185	二、乙醇不溶物含量的测定	207
七、无机氯化物含量的测定	187	三、乙醇溶解物中氯化物含量的测定	208
第十八节 工业氯磺酸	187	四、活性物含量的测定	208
一、外观的测定	187	五、pH值的测定	208
二、氯磺酸含量和硫酸含量的测定	188	第二十六节 皂片	208
三、灰分含量的测定	190	第二十七节 脂肪胺	209
四、铁含量的测定	190	参考文献	210
五、铜含量的测定	191	第三章 合成洗涤剂生产控制分析	211
六、色度的测定	192	第一节 烷基苯生产控制分析	211
第十九节 次氯酸钠溶液	192	一、气体相对密度的测定	211
一、有效氯含量的测定	193	二、气体中硫化氢含量的测定	
二、游离碱含量的测定	193	(检测管法)	211
三、铁含量的测定	194	三、氢气纯度的测定	215
第二十节 工业过氧化氢	194	四、气体组成的测定	216
一、过氧化氢含量的测定	195	五、气体中氧含量的测定	218
二、游离酸含量的测定	195	六、油品馏程的测定	219
三、不挥发物含量的测定	196	七、油品密度的测定(密度计法)	228
四、稳定度的测定	196	八、油品赛氏色泽的测定	229
第二十一节 脂肪烷基二甲基叔胺	196	九、总正构烷烃含量及碳数分布的测定	
一、外观的测定	198		229
二、色泽的测定	198	十、加氢煤油族组成分析	231
三、脂肪烷基二甲基叔胺含量和胺值的测定(滴定法仲裁法)	198	十一、油品中微量硫的测定	
四、脂肪烷基二甲基叔胺含量、平均摩尔质量及主组分的测定(气相色谱法)	198	(氢氧燃烧法)	232
		十二、烃中微量水分的测定	235
		十三、烃类组成分析	236
		十四、烷、烯混合物中总正构烯含量	

的测定	236	的测定	279
十五、油品中微量氟含量的测定(氢氧 燃烧法)	237	第五节 脂肪醇等乙氧基化控制分析	279
十六、烃类溴值的测定	238	一、脂肪醇羟值的测定	279
十七、氟化钾和碱液的测定	239	二、烷基酚中游离酚含量的测定	280
十八、烷基化催化剂和再生塔底物氟化 氢分析	240	三、聚氧乙烯型非离子表面活性剂浊点指 数的测定	280
第二节 工业直链烷基苯检验法	242	四、聚氧乙烯型非离子表面活性剂浊点 的测定	280
一、外观的测定	242	五、聚氧乙烯型非离子表面活性剂折光指 数的测定	281
二、色泽的测定	242	六、聚氧乙烯型非离子表面活性剂羟值 的测定	281
三、可碘化物含量的测定	243	七、聚乙二醇含量的测定	282
四、平均相对摩尔质量的测定 (气相色谱法)	244	八、二噁烷含量的测定	282
五、溴指数的测定(电位滴定法)	246	第六节 脂肪酸与脂脂醇类酯化控制分析	283
六、折光指数的测定	247	第七节 脂肪酸等与烷醇胺酰胺化 控制分析	283
七、密度的测定	247	一、剩余胺含量的测定	283
八、水分含量的测定	247	二、剩余脂肪酸含量的测定	284
九、馏程的测定	248	第八节 脂肪醇等磷酸化控制分析	284
十、生物降解度的测定	248	一、烷基磷酸酯中游离磷酸、单酯和双酯 含量的测定(电位滴定法)	284
第三节 洗衣粉生产控制分析	248	二、烷基磷酸酯钾盐中单酯和双酯含量的 测定(非水电位滴定法)	285
一、干空气中水分含量的测定	248	三、烷基磷酸酯钾盐含量的测定(混合指 示剂单相滴定法)	286
二、气体中二氧化硫含量的测定和转化 率计算	250	第九节 烷基咪唑啉系表面活性剂控制 分析	288
三、烷基苯磺酸中和值的测定	261	一、咪唑啉中间体含量测定(萃取-分光 光度法)	288
四、烷基苯磺酸钠 pH 值的控制	262	二、烷基咪唑啉含量测定(红外光谱法)	288
五、烷基苯磺酸钠总固体和无机盐含量 的测定	263	三、羟乙基乙二胺含量的测定	289
六、洗衣粉中阴离子表面活性剂含量 的测定	263	第四章 表面活性剂常规分析	291
七、洗衣粉中非离子表面活性剂含量 的测定	266	第一节 工业直链烷基苯磺酸(LAS)	291
八、三聚磷酸钠含量的测定	269	一、烷基苯磺酸含量的测定	291
九、洗衣粉中肥皂含量的测定(溴甲酚绿 指示剂法)	272	二、游离硫酸含量的测定	291
十、洗衣粉中水分含量的测定	273	三、游离油含量的测定	292
十一、洗衣粉表观密度的测定	273	四、色泽的测定	293
第四节 烷烃磺氧化控制分析	273	第二节 工业直链烷基苯磺酸钠平均摩尔质 量的测定(气相色谱法)	294
一、气流中二氧化硫、氧含量的测定	273	第三节 十二烷基硫酸钠	297
二、气体中高浓度二氧化硫含量的测定 	275	一、pH 值的测定	297
三、磺氧化产物中总烷基磺酸盐含量 的测定	276	二、活性物含量的测定	297
四、磺氧化产物中烷基单磺酸盐含量 的测定	277	三、石油醚可溶物含量的测定	297
五、磺氧化产物中硫酸含量的测定	277		
六、磺氧化产物中石油醚可溶物含量			

四、硫酸钠含量的测定	297	四、活性物含量的测定	313
五、氯化钠含量的测定	298	五、乙醇不溶物含量的测定	313
六、水分含量的测定	299	六、pH值的测定	314
七、白度的测定	299	第十节 对油酰胺基苯甲醚磺酸钠	
八、色泽的测定	299	(净洗剂 LS)	314
第四节 十二烷基硫酸铵	299	一、外观的测定	314
一、外观和气味的测定	300	二、活性物含量的测定	315
二、十二烷基硫酸铵含量的测定	300	三、钙皂分散力的测定	315
三、石油醚可溶物含量的测定	300	四、洗涤力的测定	316
四、硫酸铵含量的测定	300	第十一节 二丁基萘磺酸钠(渗透剂 BX)	
五、氯化铵含量的测定	300	317
六、pH值的测定	300	一、有效物含量的测定	317
七、色泽的测定	300	二、渗透力的测定	318
八、铁含量的测定	300	三、酸碱值的测定	318
第五节 工业烷基磺酸钠	300	四、铁含量的测定	318
一、外观的测定	301	五、水分含量的测定	319
二、总烷基磺酸钠含量的测定	301	六、细度的测定	319
三、石油醚溶解物含量的测定	301	第十二节 甲基萘磺酸盐甲醛缩合物	
四、pH值的测定	301	(分散剂 MF)	319
五、总烷基磺酸钠中烷基单磺酸盐含量的测定	301	一、分散力的测定	320
六、氯化钠含量的测定	301	二、硫酸钠含量的测定	320
第六节 烷基单磺酸盐平均摩尔质量及含量的测定	302	三、pH值的测定	320
第七节 烷基聚氧乙烯醚磺酸钠	304	四、钙镁离子总含量的测定	320
一、外观和气味的测定	304	五、不溶于水的杂质含量的测定	320
二、烷基聚氧乙烯醚磺酸钠含量的测定	304	六、细度的测定	320
三、未硫酸化物含量的测定	307	七、耐热稳定性的测定	320
四、硫酸钠含量的测定	308	八、水分含量的测定(烘干法)	321
五、pH值的测定	308	九、玷污性的测定	321
六、色泽的测定	308	第十三节 萘磺酸甲醛缩合物	
第八节 烷基聚氧乙烯醚硫酸铵	308	(分散剂 N)	322
一、外观和气味的测定	309	一、外观的测定	322
二、烷基聚氧乙烯醚硫酸铵含量的测定	309	二、分散力的测定	322
三、未硫酸化物含量的测定	309	三、硫酸钠含量的测定	322
四、硫酸铵含量的测定	309	四、pH值的测定	322
五、氯化铵含量的测定	310	五、钙、镁离子含量的测定	322
六、铁含量的测定	311	六、不溶于水的杂质含量的测定	324
七、pH值的测定	312	七、细度的测定	324
八、色泽的测定	312	第十四节 木质素磺酸钠(分散剂 M-9)	
第九节 N-油酰基-N-甲基牛磺酸钠	312	325
一、不皂化物含量的测定	312	一、水分含量的测定(烘干法)	325
二、脂肪酸皂含量的测定	312	二、pH值的测定	325
三、氯化钠含量的测定	313	三、水不溶物含量的测定	325
		四、总还原物含量的测定	326
		五、铁含量的测定	327
		六、钙、镁总含量的测定	327
		七、硫酸杂质含量的测定	328

八、耐热稳定性的测定	329	二、水含量的测定	355
九、对纤维沾污的测定	329	三、硫酸盐灰分含量的测定	355
十、分散力的测定	330	四、伯胺、仲胺和叔胺含量分布的测定	356
十一、细度的测定	330	五、乙氧基含量的测定	358
第十五节 脂肪烷基三甲基卤化铵及脂肪烷基二甲基苄基卤化铵	330	六、游离聚乙二醇含量的测定	358
一、外观的测定	331	七、聚乙二醇的检验	359
二、活性物含量的测定	331	第二十二节 壬基酚聚氧乙烯醚(乳化剂 NP-10)	359
三、pH 值的测定	333	一、外观的测定	360
四、游离胺含量的测定	333	二、色度测定	360
五、灰分含量的测定	333	三、有效成分含量的测定	360
六、重金属(以铅计)含量的测定	334	四、浊点的测定	360
七、砷含量的测定	334	五、水分含量的测定	360
第十六节 脂肪烷基二甲基氧化胺	334	六、pH 值的测定	360
一、游离胺含量的测定	334	第二十三节 渗透剂 JFC	360
二、活性物含量的测定	335	一、外观的测定	360
第十七节 双烷基二甲基氯化铵	335	二、pH 值的测定	360
一、活性物含量的测定	335	三、浊点的测定	360
二、游离胺含量的测定	337	四、渗透力的测定	360
三、胺的盐酸盐(结合胺)含量的测定	337	第二十四节 匀染剂 O	360
第十八节 脂肪烷基二甲基甜菜碱(BS-12)	338	一、色泽的测定	360
一、外观的测定	338	二、pH 值的测定	361
二、活性物含量的测定	338	三、浊点的测定	362
三、未反应胺含量的测定	339	四、钙皂分散力的测定	362
四、氯化钠含量的测定	340	第二十五节 失水山梨醇单硬脂酸酯(Span 60)	362
五、pH 值的测定	340	一、鉴别试验	362
六、平均摩尔质量的测定	340	二、脂肪酸含量的测定	365
第十九节 十一烷基咪唑啉两性表面活性剂	342	三、多元醇含量的测定	365
一、外观的测定	342	四、酸值的测定	366
二、总固体含量的测定	342	五、皂化值的测定	366
三、氯化钠含量的测定	343	六、羟值的测定	367
四、色泽的测定	344	七、水分含量的测定	367
五、pH 值的测定	345	八、砷含量的测定(砷斑点法)	367
六、发泡力的测定	345	九、重金属含量的测定	368
第二十节 烷基聚氧乙烯醚	345	十、乳化剂 S-60	369
一、外观的测定	346	第二十六节 失水山梨醇单油酸酯(Span 80)	370
二、色泽的测定	346	一、鉴别试验	370
三、pH 值的测定	347	二、脂肪酸含量的测定	370
四、水分含量的测定	347	三、多元醇含量的测定	371
五、聚乙二醇含量的测定	347	四、酸值的测定	371
六、乙氧基平均加合数的测定	351	五、皂化值的测定	372
第二十一节 工业乙氧基化脂肪胺	354	六、羟值的测定	372
一、水-甲醇介质中 pH 值的测定	355	七、水分含量的测定	373

八、砷含量的测定	373	硅烷(分散剂 WA)	389
九、重金属含量的测定	373	一、外观的测定	389
十、乳化剂 S-80	374	二、扩散力的测定	389
第二十七节 失水山梨醇单硬脂酸酯聚氧乙 烯醚(Tween-60)	375	三、含固量的测定	390
一、酸值的测定	375	四、pH值的测定	390
二、羟值的测定	375	五、浊点的测定	390
三、水分含量的测定	375	第三十四节 脂肪酰二乙醇胺(6501)	390
四、皂化值的测定	375	一、甲酯与活性物含量的测定	390
第二十八节 失水山梨醇单油酸酯聚氧乙 烯醚(Tween 80)	375	二、胺值的测定	392
一、色泽的测定	376	三、色泽的测定	392
二、酸值的测定	376	四、pH值的测定	393
三、羟值的测定	376	第三十五节 脂肪酰单乙醇胺	393
四、水分含量的测定	376	第三十六节 烷基聚氧乙烯醚硫酸盐等总活 性物含量的测定	394
五、皂化值的测定	376	参考文献	395
第二十九节 单硬脂酸甘油酯(40%)	377	第五章 表面活性剂基础分析	396
一、外观的测定	377	第一节 表面活性剂的物理性能	396
二、碘值的测定	377	一、液体产品的粘度测定(旋转粘 度计法)	396
三、凝固点的测定	378	二、表面活性剂浆状物在灌装时表观密度 的测定	398
四、游离酸含量的测定	378	第二节 表面活性剂的水溶液性质	400
五、砷含量的测定	379	一、表面活性剂水溶液 pH 值的测定	400
六、重金属含量的测定	379	二、表面活性剂碱度的测定	400
七、铁含量的测定	379	三、表面活性剂游离碱度或游离酸度的 测定(滴定法)	401
第三十节 蔗糖脂肪酸酯	379	四、表面活性剂在硬水中稳定性的测定	401
一、酸值的测定	380	五、阴离子表面活性剂在水中溶解度 的测定	403
二、二甲基甲酰胺含量的测定	380	六、非离子表面活性剂浊点指数(水数) 的测定(容量法)	404
三、砷含量的测定	381	七、非离子表面活性剂浊点的测定	405
四、重金属含量的测定	382	第三节 表面活性剂的表(界)面 化学性质	407
五、游离蔗糖含量的测定	382	一、表面活性剂表面张力的测定(圆环拉 起液膜法)	407
六、水分含量的测定	383	二、表面活性剂界面张力的测定 (滴体积法)	414
七、灰分含量的测定	383	三、表面活性剂润湿力的测定	418
第三十一节 三聚甘油单硬脂酸酯	384	四、表面活性剂钙皂分散力的测定	426
一、定性鉴定	384	五、表面活性剂乳化力的测定	430
二、酸值的测定	384	六、表面活性剂增溶能力的测定	433
三、皂化值的测定	385	七、W/O 型乳液贮藏稳定性的测定	434
四、碘值的测定	385	八、表面活性剂发泡力的测定(改进 Ross-Miles 法)	436
五、熔点的测定	385		
六、硫酸化灰分含量的测定	386		
七、砷含量的测定(砷斑法)	386		
八、重金属含量的测定	387		
第三十二节 烷基葡萄糖苷	387		
一、二糖多糖含量的测定	387		
二、残醇含量的测定	388		
三、烷基糖苷组分分析	388		
第三十三节 三脂肪醇聚氧乙烯醚基甲基			

九、阴离子和非离子表面活性剂临界胶束浓度的测定(圆环测定表面张力法).....	439	五、硫酸化油.....	495
十、阳离子表面活性剂(氯化物和氢溴化物)临界胶束浓度的测定(反离子活度测量法).....	441	第三节 羧酸盐结构分析.....	497
第四节 表面活性剂中非活性成分.....	443	一、脂肪酸盐.....	497
一、表面活性剂含水量的测定.....	443	二、树脂酸盐.....	499
二、阴离子表面活性剂石油醚溶解物含量的测定.....	446	三、脂肪酰化缩多氨基酸盐.....	501
三、非离子表面活性剂硫酸化灰分含量的测定(重量法).....	447	第四节 磷酸盐结构分析.....	503
第五节 表面活性剂的结构特性.....	447	一、烷基磷酸盐.....	503
一、表面活性剂HLB值的测定.....	447	二、烷基(酚)聚氧乙烯醚磷酸盐.....	507
二、阴离子和非离子表面活性剂生物降解度试验方法.....	452	第五节 季铵盐结构分析.....	508
三、阴离子表面活性剂的定量.....	454	一、烷基三甲基季铵盐.....	508
四、废水中含磷表面活性剂的定量.....	455	二、双烷基二甲基季铵盐.....	512
五、非离子表面活性剂的定量.....	456	三、烷基二甲基苄基季铵盐.....	513
第六节 表面活性剂的应用特性.....	457	四、烷基吡啶盐.....	516
一、表面活性剂耐碱性的测定.....	457	五、烷基咪唑啉盐.....	518
二、表面活性剂耐酸性的测定.....	459	第六节 甜菜碱结构分析.....	520
三、表面活性剂洗涤力的测定.....	459	一、N-烷基甜菜碱.....	520
四、高温条件下分散染料染聚酯织物用匀染剂的移染性的测定.....	461	二、烷基咪唑啉甜菜碱.....	523
五、高温条件下分散染料染聚酯织物用匀染剂的抑染作用的测定.....	464	第七节 多元醇脂肪酸酯结构分析.....	523
六、还原染料用匀染剂匀染性的测定.....	465	一、单硬脂酸甘油酯.....	523
七、防水剂防水力的测定.....	469	二、失水山梨醇脂肪酸酯(Span).....	527
八、织物调理剂抗静电性能的测定.....	472	三、蔗糖脂肪酸酯.....	529
九、(表面活性剂)用作试验溶剂的水的规格和试验方法.....	474	四、聚甘油脂肪酸酯.....	531
十、试验用水或水溶液电导率的测定.....	475	第八节 聚氧乙烯化加成物结构分析.....	532
参考文献.....	476	一、烷基聚氧乙烯醚.....	532
第六章 表面活性剂结构分析	478	二、烷基酚聚氧乙烯醚.....	539
第一节 磺酸盐结构分析.....	478	三、脂肪酸聚氧乙烯酯.....	540
一、烷基苯磺酸盐.....	478	四、脂肪胺聚氧乙烯化加成物.....	541
二、链烷磺酸盐.....	483	五、失水山梨醇脂肪酸酯聚氧乙烯醚(tween).....	543
三、 α -烯基磺酸盐(AOS).....	485	六、聚醚.....	544
四、磺基琥珀酸二烷基酯钠盐.....	487	第九节 其他表面活性剂结构分析.....	548
五、脂肪酰胺磺酸盐.....	489	一、脂肪酰烷醇胺.....	548
第二节 硫酸盐结构分析.....	490	二、氧化胺.....	549
一、烷基硫酸盐.....	490	参考文献.....	550
二、烷基聚氧乙烯醚硫酸盐.....	493	第七章 表面活性剂的分离分析	551
三、烷基酚聚氧乙烯醚硫酸盐.....	494	第一节 混合物中表面活性剂的分离方法.....	551
四、单硬脂酸甘油酯硫酸盐.....	495	一、乙醇萃取法.....	552
		二、索氏萃取器法.....	552
		三、丙酮萃取法.....	552
		第二节 不同离子类型表面活性剂的分离方法.....	553
		一、阳离子-两性离子-非离子表面活性剂的分离方法.....	553
		二、阴离子-两性离子-非离子表面活性剂的分离方法.....	554

第三节 相同离子类型表面活性剂的分离	
分析方法	555
一、阴离子表面活性剂的分离分析方法	555
二、阳离子表面活性剂的分离分析方法	559
三、非离子表面活性剂的分离分析方法	559
参考文献	563
第八章 未知样品的分析	564
第一节 初步试验	564
一、初步调查	564
二、初步试验	564
第二节 表面活性剂定性试验	565
一、泡沫特征试验	565
二、亚甲基蓝-氯仿试验	565
三、混合指示剂颜色反应	566
四、磺基琥珀酸酯试验	566
五、溴酚蓝试验	566
六、Dragendorff 试剂反应	566
七、浊点试验	567
八、硫氰酸钴盐试验	567
九、氧肟酸试验	567
十、酸性橙-II 法试验	567
十一、烷基甜菜碱型的鉴定	568
十二、反离子定性试验	568
第三节 灼烧试验	569
一、操作步骤	569
二、结果和判断	569
第四节 表面活性剂元素分析	569
一、金属钠熔化试验	570
二、元素的鉴定	570
第五节 表面活性剂红外光谱分析	572
一、光谱试验	572
二、光谱解析	573
第六节 肥皂的分析	577
一、松香和妥尔油的定性试验	577
二、肥皂的定量测定	578
第七节 阴离子表面活性剂分析	579
一、两相滴定法	579
二、对甲苯胺法	579
三、结合三氧化硫的测定	581
四、有机磺酸盐和有机硫酸盐的区别	582
五、可水解和不可水解阴离子表面活性剂混合物的测定	583
六、可水解阴离子表面活性剂分析	583
七、非水解阴离子表面活性剂分析	584
第八节 阳离子表面活性剂分析	585
一、薄层色谱法	585
二、反应气相色谱法	586
第九节 两性表面活性剂分析	586
一、薄层色谱法	586
二、氧化铝柱层析分离	586
三、比色测定法	586
第十节 非离子表面活性剂分析	587
一、比色测定法	587
二、羟值测定法	587
三、薄层色谱法	587
四、气相色谱法	587
第十一节 碱性助洗剂分析	587
一、在乙醇中溶解度试验	587
二、酸碱性试验	587
三、磷酸盐和硅酸盐的定性试验	588
四、各种磷酸盐的定性试验	588
五、磷酸盐的定量测定	588
六、硅酸盐的定量测定	591
七、氧化剂的定性测定	591
八、氧化剂的定量测定	591
九、硼砂的定性试验	592
十、硼砂的定量测定	592
十一、碳酸盐的定性试验	592
十二、碳酸盐的定量测定	593
十三、碱性助洗剂测定结果解析	593
第十二节 中性无机盐分析	593
一、硫酸钠的定性试验	593
二、硫酸钠的定量测定	593
三、氯化钠的定性试验	593
四、氯化钠的定量测定	594
第十三节 有机螯合剂分析	596
第十四节 纤维素和淀粉分析	596
一、纤维素和淀粉的定性试验	596
二、纤维素和淀粉的定量测定	597
三、碳水化合物的分离方法	597
参考文献	597
第九章 标准滴定溶液和常用试剂溶液	598
第一节 标准滴定溶液的配制和标定	598
(GB 601—1988)	598
第二节 试剂溶液、制剂及制品的制备	611
(GB 603—1988)	611
参考文献	620

第一章 合成洗涤剂常规分析

进行常规分析的目的在于检验产品是否达到规定的质量指标,以便确定产品的等级。因此用于常规分析的方法,其准确性与公认性是极其重要的。不必对产品的所有组分进行全分析,常常只要测定一两项关键性指标,就可以掌握这种产品的质量状况。

第一节 洗衣粉

本节参照标准 GB/T 13171—1991。

该标准所规定的洗衣粉属于弱碱性产品,适合于洗涤棉、麻和化纤织物,按品种、性能和规格分为含磷(HL类)和无磷(WL类)两类,每类又分为普通型(A型)和浓缩型(B型),命名代号如下:

(1) HL类 含磷酸盐洗衣粉,分为 HL-A型和 HL-B型。

(2) WL类 无磷酸盐洗衣粉,总磷酸盐(以 P_2O_5 计)不大于 1.1%,分为 WL-A型和 WL-B型。

各类型洗衣粉应使用生物降解度不低于 90%的表面活性剂,不得使用四聚丙烯烷基苯磺酸盐、烷基酚聚氧乙烯醚。

各类型洗衣粉的理化性能应符合表 1-2

的规定。

各类型洗衣粉的使用性能应符合表 1-1 的规定。

表 1-1 各类型洗衣粉使用性能指标

项 目		指 标
相对标准粉对油污布的去污力比值 ^①		≥ 1.0
循环洗涤性能 ^①	相对标准粉沉积灰分比值	≤ 3.0
	洗后织物外观损伤	不重于标准洗衣粉

^① 试验溶液浓度:标准粉和 HL-A型、WL-A型试样为 0.2%; HL-B型、WL-B型试样为 0.1%。

一、粉状洗涤剂颗粒度的测定

本方法参照标准 GB 12030—1989。

用机械筛筛分法测定粉状洗涤剂的颗粒度,适用于合成洗衣粉、皂粉等粉、粒状产品。

(一) 方法概述

将试样用规定孔筛的筛子,经机械振荡器筛分,分别称量留于筛子上及底盘中试样的质量,以对试样的质量分数表示之。

(二) 仪器和试样

(1) 试验筛 符合 GB 6003—1985《试验筛》的规定,筛框直径为 200mm,金属丝编织网筛面。按待测产品标准的要求选取

表 1-2 各类型洗衣粉的物理化学指标

项 目	含磷洗衣粉(HL)		无磷洗衣粉(WL)	
	HL-A型	HL-B型	WL-A型	WL-B型
外观	白或白带色粒,染色粉染色均匀,不结团 ^① 的粉状或粒状			
颗粒度	通过 1.25mm 筛的筛分率不低于 90%			
表观密度/(g/cm ³)		≥ 0.60		≥ 0.60
总活性物含量/%	≥ 10			
总活性物、聚磷酸盐、0.77倍 4A 沸石之和含量/%	≥ 30	≥ 40	≥ 30	≥ 40
总五氧化二磷(P_2O_5)含量/%	≤ 1.1			
水溶性硅酸盐含量(以 SiO_2 计)/%	≤ 6			
pH 值(0.1%溶液,25℃)	≤ 10.5	≤ 11.0	≤ 10.5	≤ 11.0

^① 如有结团,但用手轻压结团即可松散者,视为合格。

一套规定孔径的筛子^①，配以底盘和筛盖。

(2) 电动振荡器 平行往复式(振幅 36mm, 频率 243 次/min)或立式(频率 1400 次/min)。

(3) 架盘天平 可称准至 0.1g。

(4) 试样 试样不经干燥, 用锥形分样器分取两只样品, 备用。

(三) 操作步骤

第 1 步 把按要求选取的一套规定孔径的清洁、干燥的筛子, 按孔径从小到大的顺序, 从下而上重叠为一筛组, 将筛组置于底盘之上, 一起装在电动振荡器上。

第 2 步 称取经分样器分取的样品 100g (称准至 0.1g), 置于上层筛中, 加筛盖。

第 3 步 开动振荡器。若用平行往复式振荡器时, 筛振 4min ($\pm 30s$); 若用立式振荡器时, 筛振 8min ($\pm 30s$)。停止振荡后取下底盘和筛组, 分别收集并称量各筛子上及底盘中的试样质量(附着于筛面上的粒子用刷子仔细拂下)。

第 4 步 另取一只经分样器分取的样品, 重复进行上述试验。

(四) 计算

根据筛盘上残留的试样质量, 按式(1-1) 计算筛留率。

$$A_i = \frac{B_i}{m} \times 100 \quad (1-1)$$

式中 A_i —— i 筛层或底盘上的筛留率, %;

B_i —— i 筛层或底盘上残留的试样质量, g;

m ——试样的质量, g。

以两次试验的平均值为试验结果。

在进行颗粒度试验时, 各层筛上残留试样和底盘中试样的质量之和 ($\sum B_i$), 与投入试样的质量 (m) 相比, 减少量 $\left(\frac{m - \sum B_i}{m} \times 100\right)$ 应不大于 1%, 否则须重新试验。

两次试验结果偏差不大于 1.5g。

二、粉状洗涤剂表观密度的测定 (给定体积称量法)

本方法参照标准 GB/T 13175—1991。

表观密度(ρ) 在标准条件下, 占据 1ml 体积的粉体的质量, 表示为 g/ml^②。

本标准适用于自由流动的粉状或粒状物料, 当使用合适的漏斗时, 也可用于有结块趋势的粉状或粒状物料。

对带有团块的粉体, 只有当团块易于松散, 且又不致使粉体的颗粒破碎的情况下, 本标准才适用。

(一) 方法概述

在规定条件下, 将样品由一个规定形状的漏斗漏下, 装满一个已知容积的受器后, 测定此粉体的质量。

(二) 装置

(1) 漏斗 可用不锈钢、塑料、木或其他合适的材料制成。和流动粉体接触的所有表面应该光滑, 且不允许由于粉体的流动而产生静电。

测定自由流动粉体时, 漏斗下口的内径采用 40mm, 上口内径采用 108mm, 高度采用 130mm; 而测定有结块趋势的粉体时, 下口内径采用 60mm, 上口内径采用 112mm, 高度采用 100mm。

(2) 受器 容量为 500ml, 由做漏斗的类似材料做成。将受器容积校准至 (500 \pm 0.5) ml, 校准方法按下列“受器的校正”条中所述。

(3) 支架 能使漏斗和受器彼此定位。漏斗可用定位销或螺钉通过漏斗法兰及支架顶板孔固定。受器可用定位销或其他合适的方法固定在漏斗下面的正中央。

(4) 截止板 110mm \times 70mm。

(5) 直尺 长度为 150mm。

① 洗衣粉颗粒度测定选用孔径 1.25mm 的试验筛测定。

② g/ml 是 C.G.S. 制的密度单位。国际单位制 (SI) 密度单位为 kg/m^3 , $1\text{kg}/\text{m}^3 = 10^3\text{g}/\text{ml}$ 。