

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
洗 涤 剂 中 阴 离 子 活 性 物 的 测 定  
直 接 两 相 滴 定 法  
GB 5173—85

\*

中国标准出版社出版  
(北京复外三里河)  
中国标准出版社北京印刷厂印刷  
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 11,000  
1985年11月第一版 1985年11月第一次印刷  
印数 1—4,500

\*

书号: 15169·1—3358 定价 0.24 元

\*

标 目 27—48

# 洗涤剂中阴离子活性物的测定 直接两相滴定法

UDC 661.185  
:543

GB 5173—85  
ISO 2271—1972

Surface active agents—Detergents—  
Determination of anionic—active matter—  
Direct two—phase titration procedure

本标准等同采用国际标准 ISO 2271—1972 《表面活性剂—洗涤剂—阴离子活性物的测定—直接两相滴定法》。

## 1 适用范围

本标准规定了洗涤剂中阴离子活性物的测定方法。

本方法适用于分析烷基苯磺酸盐、烷基磺酸盐、烷基硫酸盐、羟基硫酸盐、烷基酚和脂肪醇乙氧基硫酸盐和二烷基琥珀酸酯磺酸盐，也适用于每个分子包含一个亲水基的活性物的测定。

若含量以质量百分含量表示，则阴离子活性物的分子量必须已知，或预先测定。

洗涤剂中常见的有机或无机组分，如非离子表面活性剂、肥皂、尿素、乙二胺四乙酸盐、羧甲基纤维素、氯化钠、硫酸钠、硼酸钠、三聚磷酸钠、过硼酸钠和硅酸钠等不干扰分析。其他漂白剂（非过硼酸钠）在分析前应破坏掉。

当低分子量磺酸盐（甲苯磺酸盐、二甲苯磺酸盐）在洗涤剂中的含量低于阴离子活性物15%时，不干扰分析结果，而高于15%时，应考虑其影响。

## 2 原理

用阳离子表面活性剂氯化苄苏鎓（Benzethonium Chloride，又称海明 Hyamine 1622）标准溶液，在水相和三氯甲烷的两相介质中，以酸性混合染料（阳离子染料溴化底米鎓和阴离子染料酸性蓝—1）作指示剂，滴定阴离子活性物。

滴定开始时，阴离子活性物与阳离子染料生成盐，该盐溶解在三氯甲烷中，使三氯甲烷层呈红—粉红。

滴定过程中，氯化苄苏鎓与水层中阴离子活性物生成盐，该盐为无色，溶于三氯甲烷中，因此，三氯甲烷层仍呈红—粉红。

滴定终点前，水溶液中所有的阴离子活性物已与氯化苄苏鎓反应完，氯化苄苏鎓开始取代三氯甲烷层中阴离子活性物—阳离子染料盐内的阳离子染料（溴化底米鎓）。

滴定终点时，被取代出来的溴化底米鎓转入水层，三氯甲烷层粉红色退去，稍过量的氯化苄苏鎓与阴离子染料（酸性蓝—1）生成盐，该盐溶解于三氯甲烷层中，并呈蓝色。

## 3 试剂

所用的水为蒸馏水。

3.1 三氯甲烷（氯仿）（GB 682—78）。

3.2 硫酸（GB 625—77）：5 N 溶液。

将134 ml 硫酸小心加至300 ml 水中，再稀释到1000 ml。

3.3 硫酸：1 N 溶液。

3.4 氢氧化钠（GB 629—81）：1 N 标准溶液。

3.5 月桂基硫酸钠  $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}]$ ：0.004 M 标准溶液。

3.5.1 月桂基硫酸钠纯度的测定：

称取 4.8~5.2 g 月桂基硫酸钠（试剂级），称准至 1 mg，放入 250 ml 磨口圆底玻璃烧瓶中，准确加入 25 ml 硫酸溶液（3.3），装上冷凝管，加热至回流。在最初的 5~10 min 溶液将变稠并且起泡，这可用撤除热源和旋摇烧瓶中内容物的办法加以控制。再经 10 min 左右，溶液清亮，泡沫消失，再回流 90 min，冷却烧瓶，用 30 ml 乙醇，接着再用水小心淋洗冷凝管，加入数滴酚酞溶液（3.7），用氢氧化钠溶液（3.4）滴定。

用氢氧化钠溶液（3.4）滴定 25 ml 硫酸溶液（3.3）进行空白试验。

月桂基硫酸钠的纯度  $P$ （%）按式（1）计算：

$$P = \frac{28.84 (V_1 - V_0) C_1}{m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $P$ ——月桂基硫酸钠的纯度，%；

$V_0$ ——空白试验耗用的氢氧化钠溶液的体积，ml；

$V_1$ ——试样耗用的氢氧化钠溶液的体积，ml；

$C_1$ ——氢氧化钠溶液的当量浓度；

$m_1$ ——月桂基硫酸钠的质量，g。

3.5.2 0.004 M 月桂基硫酸钠标准溶液的配制：

称取 1.14~1.16 g 月桂基硫酸钠，称准至 1 mg，并溶解于 200 ml 水中，移入 1000 ml 容量瓶内，用水稀释至刻度。溶液的摩尔浓度  $C_2$  按式（2）计算：

$$C_2 = \frac{m_2 \times P}{288.4 \times 100} \dots\dots\dots (2)$$

式中： $m_2$ ——月桂基硫酸钠的质量，g；

$P$ ——月桂基硫酸钠的纯度，%；

288.4——月桂基硫酸钠的分子量。

3.6 0.004 M 氯化苄苏鎓标准溶液的配制：

氯化苄苏鎓——苄基二甲基-2〔2-对-(1', 1, 3, 3-四甲丁基)苯氧-乙氧基]-乙基氯化铵单水合物  $[(\text{CH}_3)_3\text{C}-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)_2-\text{C}_6\text{H}_4\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_5]^+\text{Cl}^- \cdot \text{H}_2\text{O}$

称取 1.75~1.85 g 氯化苄苏鎓，称准至 1 mg。溶于水，移入 1000 ml 容量瓶内，用水稀释至刻度。

注：本操作配制的氯化苄苏鎓溶液须用月桂基硫酸钠溶液（3.5）标定，标定的操作见 6.1。也可用下述操作配制 0.004 M 氯化苄苏鎓溶液。

称取 1.792 g 氯化苄苏鎓，在 105℃ 下干燥至连续两次称量的差不超过 1 mg。溶解于水中，稀释至 1000 ml。

3.7 10 g/l 酚酞乙醇溶液

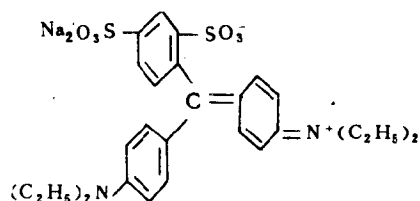
1 g 酚酞溶解于 100 ml 95% 乙醇（GB 679—80）中。

3.8 混合指示剂

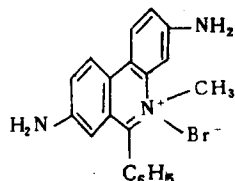
3.8.1 贮存液

由酸性蓝-1 和溴化底米鎓配成。

3.8.1.1 酸性蓝-1〔4, 4'-双(二乙氨基)三苯基脱水甲醇-2'', 4''-二磺酸单钠〕。



### 3.8.1.2 溴化底米鎗 (3, 8 - 二氨基 - 5 - 甲基 - 6 - 苯溴化氮杂菲)。



### 3.8.1.3 贮存液的配制:

称取 $0.5 \pm 0.005$ g 溴化底米鎗 (3.8.1.2), 称准至 1 mg, 放入一个 50 ml 烧杯内, 将 $0.25 \pm 0.005$ g 酸性蓝 - 1 (3.8.1.1) 置于另一个 50 ml 烧杯中。

在每一个烧杯中加 20~30 ml 10% (V/V) 热乙醇, 搅拌, 使其溶解。将两种溶液都倒入同一个 250 ml 容量瓶内, 用乙醇淋洗烧杯, 洗液并入容量瓶, 再用 10% 乙醇稀释到刻度。

### 3.8.2 酸性混合指示剂溶液

吸取 20 ml 贮存液 (3.8.1) 于 500 ml 容量瓶中, 加 200 ml 水, 再加入 20 ml 5 N 硫酸 (3.2), 用水稀释至刻度。避光贮存。

## 4 仪器

4.1 具塞玻璃量筒: 100 ml。

4.2 滴定管: 25、50 ml。

4.3 容量瓶: 1000 ml。

4.4 移液管: 25 ml。

## 5 试样的采取和制备

### 5.1 采样

称取含有 3~5 毫克当量活性物的试样, 称准至 1 mg。

下表是按分子量 350 计算的, 可作参考。

| 样品中活性物含量, % (m/m) | 试样量, g |
|-------------------|--------|
| 15                | 10.0   |
| 30                | 5.0    |
| 45                | 3.2    |
| 60                | 2.4    |
| 80                | 1.8    |
| 100               | 1.4    |

## 5.2 试样溶液的制备

将试样溶于水,加入数滴酚酞溶液(3.7),并用氢氧化钠溶液(3.4)或硫酸溶液(3.3)中和到呈淡粉红色。移入1000ml的容量瓶(4.3)中,用水稀释到刻度,混匀。

## 6 试验步骤

### 6.1 氯化苄苏镧溶液的标定

用移液管(4.4)吸取25ml 0.004 M 月桂基硫酸钠溶液(3.5)至具塞量筒(4.1)中,加10ml 水、15ml 三氯甲烷(3.1)和10ml 酸性混合指示剂溶液(3.8.2)。

用0.004 M 氯化苄苏镧溶液(3.6)滴定。开始时,每次加入约2 ml 滴定溶液后,塞上塞子,充分振摇,静置分层。下层应呈粉红色,继续滴定并振摇,当接近滴定终点时,由于振摇而形成的乳状液较易破乳,然后逐滴滴定,充分振摇。当三氯甲烷层的粉红色完全退去,变成淡灰蓝色时,即达终点。

氯化苄苏镧溶液的摩尔浓度 $C_3$ 按式(3)计算:

$$C_3 = \frac{C_2 \times 25}{V_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中: $C_2$ ——月桂基硫酸钠溶液摩尔浓度;

$V_2$ ——滴定时耗用的氯化苄苏镧溶液体积, ml。

### 6.2 测定

用移液管(4.4)吸取25ml 试样溶液(5.2)至具塞量筒(4.1)中,加10ml 水、15ml 三氯甲烷(3.1)和10ml 酸性混合指示剂溶液(3.8.2),如6.1所述操作用氯化苄苏镧溶液(3.6)滴定至终点。

## 7 结果的表示

### 7.1 计算

阴离子活性物质量百分含量 $X(\%)$ 按式(4)计算:

$$X = \frac{4 \times V_2 \times C_3 \times M}{m_3} \dots\dots\dots (4)$$

若以毫克当量/克(mN/g)表示,则按式(5)计算:

$$W = \frac{40 \times V_2 \times C_3}{m_3} \dots\dots\dots (5)$$

式中: $X$ ——阴离子活性物质量百分含量, %;

$m_3$ ——试样质量, g;

$M$ ——阴离子活性物的分子量;

$C_3$ ——氯化苄苏镧溶液的摩尔浓度;

$V_2$ ——滴定时所耗用的氯化苄苏镧溶液体积, ml;

$W$ ——阴离子活性物含量, mN/g。

### 7.2 重复性

对同一样品,由同一分析者用同一仪器,相继测定两次,结果相差不应超过平均值的1.5%。

### 7.3 再现性

对同一样品,在两个不同的实验室中,所得结果相差不应超过平均值的3%。

## 8 试验报告

试验报告应包括下列各项:

- a. 所用的方法;
- b. 所得的结果;

- c. 本标准未具体规定的或外加的操作, 以及任何可能影响结果的意外现象;
  - d. 试样的名称、型号、状态和生产厂;
  - e. 试验日期、试验人员。
- 

**附加说明:**

本标准由中华人民共和国轻工业部提出, 由轻工业部日用化学工业科学研究所归口。

本标准由上海市日用化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人江志洁、杜培芬。