



中华人民共和国国家标准

GB/T 13173.3—91

洗涤剂中非离子表面活性剂含量的测定 (离子交换法)

Determination of nonionic surface active
agents in detergents—Ion exchange method

1991-09-10 发布

1992-08-01 实施



国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
洗涤剂中非离子表面活性剂含量的测定
(离子交换法)

GB/T 13173.3—91

*

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.bzcbbs.com

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 0.5 字数 7 千字
1992年6月第一版 2005年8月第二次印刷

*

书号: 155066·1-24915 定价 8.00 元

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



GB/T 13173.3—1991

中华人民共和国国家标准

洗涤剂中非离子表面活性剂含量的测定 (离子交换法)

GB/T 13173.3-91

Determination of nonionic surface active
agents in detergents—Ion exchange method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了洗涤剂中非离子表面活性剂含量的测定方法。

本标准适用于测定洗涤剂中聚乙氧基化脂肪醇(AEO)和聚乙氧基化烷基酚(ADE)、聚醚(PE)以及烷酰二乙醇胺等非离子表面活性剂含量。洗涤剂中常见的阴离子表面活性剂、羧甲基纤维素钠、氯化钠、硫酸钠、三聚磷酸钠、硅酸钠、硼酸钠等组分不干扰本方法。但石油醚可溶物使结果相应偏高。

2 引用标准

GB/T 13173.2 洗涤剂中总活性物含量的测定

3 原理

用阴、阳离子交换树脂与离子型表面活性剂进行离子交换,使其保留在离子交换柱上,非离子表面活性剂则不被交换,而随溶剂流出。蒸除溶剂后,用重量法测定非离子表面活性剂的含量。

4 试剂材料

分析中,只使用认可的分析纯试剂,蒸馏水或纯度相当的水。

- 4.1 强酸性阳离子交换树脂(HG2-885):氢型,0.30~1.00 mm,001×7型。
- 4.2 强碱性阴离子交换树脂(HG 2-886):氯型,0.30~1.00 mm,201×7型。
- 4.3 95%乙醇(GB 679)。
- 4.4 盐酸(GB 622):1 mol/L 溶液。
- 4.5 盐酸(GB 622):4 mol/L 溶液。
- 4.6 盐酸(GB 622):0.5 mol/L 的 95%乙醇溶液。
- 4.7 盐酸(GB 622):2 mol/L 的 95%乙醇溶液。
- 4.8 硝酸(GB 626):6 mol/L 溶液。
- 4.9 氢氧化钠(GB 629):1 mol/L 溶液。
- 4.10 硝酸银(GB 670):0.1 mol/L 溶液。
- 4.11 脱脂棉。
- 4.12 广范围 pH 试纸。

5 仪器

普通实验室仪器和下列仪器。

国家技术监督局 1991-09-10 批准

1992-08-01 实施

- 5.1 离子交换柱:内径 10~15 mm,长度 40~50 cm,下端收缩带有旋塞或带弹簧夹的橡皮管。
- 5.2 分液漏斗:250 mL。
- 5.3 锥形烧瓶:1 000 mL。
- 5.4 低型烧杯:100 mL,150 mL,500 mL。
- 5.5 古氏坩埚:30 mL,底部铺有石棉过滤层。
- 5.6 玻璃过滤漏斗:30 mL,孔径 15~30 μm 。
- 5.7 吸滤瓶:1 000 mL。

6 试验程序

6.1 树脂的处理

6.1.1 阳离子交换树脂的处理

将阳离子交换树脂(4.1)用 3 倍体积的 4 mol/L 盐酸溶液(4.5)浸泡过夜,用水以倾泻法洗涤 3 次。再用 3 倍体积的 4 mol/L 盐酸溶液(4.5)浸泡并搅拌 10 min,用水以倾泻法洗涤 3 次。然后倒入柱中,用水洗至中性〔用广范围试纸(4.12)测定,pH 7〕。

6.1.2 阴离子交换树脂的处理

将阴离子交换树脂(4.2)用 3 倍体积的 0.5 mol/L 盐酸乙醇溶液(4.6)浸泡过夜,用水以倾泻法洗涤 3 次,再用 3 倍体积的 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.9)浸泡并搅拌 10 min,用水以倾泻法洗涤 3 次。将树脂倒入柱中,用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.9)洗至无氯离子〔1 滴流出液加 3 滴 6 mol/L 硝酸溶液(4.8),再加 1 滴 0.1 mol/L 硝酸银溶液(4.10),与空白对照,应不混浊〕,再用水洗至中性〔用广范围试纸(4.12)测定,pH 7〕。

6.2 交换柱的填充与安装

在离子交换柱下端收缩部分上,铺填约 10 mm 厚的玻璃棉。将上述处理好的阳离子交换树脂和阴离子交换树脂分别倒入烧杯中,各用 50 mL 95%乙醇(4.3)置换水后,再分别装柱,树脂床高度约 30 cm,设法除去树脂床中的空气泡。

将阳离子柱在上,阴离子柱在下,阳离子柱顶置一 250 mL 分液漏斗(5.2),三者用橡皮塞或磨砂玻璃接头串联起来,在阴离子柱下置一 1 000 mL 锥形烧瓶(5.3)。

6.3 试验份

称取 5 g 洗涤剂样品于 150 mL 烧杯(5.4)中,准确至 0.000 2 g。

6.4 测定

按 GB/T 13173.2 之 8.2 条分离乙醇溶解物。将所得乙醇溶解物倒入 500 mL 烧杯(5.4)中,在蒸汽浴上浓缩至约 100 mL,定量转移到交换柱上的 250 mL 分液漏斗中。打开分液漏斗和两离子交换柱上的旋塞或弹簧夹,并调节开关使样品溶液以 2~3 mL/min 的流速流出。待分液漏斗中的溶液流尽,立即用 10 mL 热的 95%乙醇(4.3)淋洗漏斗壁,并使淋洗液进入离子交换柱。然后将 250 mL 95%乙醇(4.3)倒入分液漏斗,洗提离子交换柱。流出液收集于锥形瓶中。蒸发流出液之溶剂,至残余 20~30 mL 时,将残余液定量转移到预经恒重称量过的 100 mL 烧杯(5.4)中,在蒸汽浴上蒸干后,于 105℃烘箱内干燥 1 h,再于干燥器内冷却半小时,称量。

7 试验结果计算

洗涤剂中的非离子表面活性剂质量百分含量(X)按下式计算:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中: m_0 ——试验份的质量,g;

m_1 ——经离子交换柱流出液残余物的质量, g。

注: 结果中包括有不是非离子表面活性剂的石油醚可溶物, 一般情况可忽略不计, 必要时应减去。

8 精密度

两次平行试验的差值应不超过平均值的 10%。



附 录 A
离子交换树脂的再生
(补充件)

A1 阳离子交换树脂的再生

测定两个平行试样后,用 150 mL 1 mol/L 盐酸溶液(4.4)以 2~3 mL/min 流速,洗提阳离子交换柱,再用水洗至中性〔用广范围试纸(4.12)测定,pH 7〕。再按 6.2 所述,用 95%乙醇(4.3)置换水。

A2 阴离子交换树脂的再生

测定两个平行试样后,用 200 mL 2 mol/L 盐酸乙醇溶液(4.7)以 2~3 mL/min 流速,洗提阴离子交换柱。再用水洗至中性〔用广范围试纸(4.12)测定,pH 7〕。然后用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.9)洗至无氯离子〔按 6.1.2 中所述检验〕,再用水洗至中性〔用广范围 pH 试纸(4.12)测定,pH 7〕。再按 6.2 所述,用 95%乙醇(4.3)置换水。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由轻工业部日用化学工业科学研究所技术归口。

本标准由上海市日用化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人胡茵。

本标准参照采用日本工业标准 JIS K3362—1978(84)《合成洗涤剂试验方法》。