



1997 年制定

中国国家标准汇编

242

GB 17040~17116

(1997年制定)

中国标准出版社

1998

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编 242: GB 17040~17116/中国
标准出版社总编室编. -北京: 中国标准出版社, 1998
ISBN 7-5066-1745-5

I. 中… II. 中… III. 国家标准-中国-汇编 IV. T-652
.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (98) 第 23675 号

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: 68522112

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 41 $\frac{1}{4}$ 字数 1 316 千字

1998 年 11 月第一版 1998 年 11 月第一次印刷

*

印数 1—3 000 定价 120.00 元

*

标 目 352—14

ISBN 7-5066-1745-5



9 787506 617451 >

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。本《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 本《汇编》收入我国正式发布的全部国家标准。各分册中如有顺序号缺号的,除特殊情况注明外,均为作废标准号或空号。

3. 由于本《汇编》的出版时间与新国家标准的发布时间已达到基本同步,我社将在每年出版前一年发布的新制定的国家标准,便于读者及时使用。出版的形式不变,分册号继续顺延。

4. 由于标准不断修订,修订信息不能在本《汇编》中得到充分和及时的反映,根据多年来读者的要求,自 1995 年起,在本《汇编》汇集出版前一年发布的新制定的国家标准的同时,新增出版前一年发布的被修订的标准的汇编版本,视篇幅分设若干分册。这些修订标准汇编的正书名、版本形式与《中国国家标准汇编》相同,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“19××年修订-1,-2,-3,…”字样,作为本《汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年制定和修订的全部国家标准。

5. 由于读者需求的变化,自第 201 分册起,仅出版精装本。

本分册为第 242 分册,收入国家标准 GB 17040~17116 的最新版本。

中国标准出版社

1998 年 7 月

目 录

GB/T 17040—1997	石油产品硫含量测定法(能量色散 X 射线荧光光谱法)	1
GB/T 17041—1997	表面活性剂 乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐 活性物质总含量的测定	7
GB/T 17042—1997	航空轮胎胎圈耐高温试验方法	12
GB/T 17043—1997	航空轮胎环境温度试验方法	15
GB/T 17044—1997	钢丝绳芯输送带覆盖层与带芯层 粘合强度试验方法	18
GB/T 17045—1997	电击防护 装置和设备的通用部分	23
GB/T 17046—1997	振动压路机 零部件 承受机械振动的评价	30
GB/T 17047—1997	混凝土制品机械术语	36
GB/T 17048—1997	架空绞线用硬铝线	47
GB/T 17049—1997	全玻璃真空太阳集热管	52
GB/T 17050—1997	热辐射术语	65
GB 17051—1997	二次供水设施卫生规范	73
GB 17052—1997	车间空气中岩棉粉尘卫生标准	77
GB 17053—1997	车间空气中碳酸钠卫生标准	79
GB 17054—1997	车间空气中焦炉逸散物卫生标准	83
GB 17055—1997	车间空气中砷及其无机化合物卫生标准	87
GB 17056—1997	职业性急性一甲胺中毒的诊断	89
GB 17057—1997	职业性急性化学物中毒的诊断 第 9 部分:职业性急性化学物中毒性心脏病 的诊断	93
GB 17058—1997	职业性急性化学物中毒的诊断 第 10 部分:职业性急性化学物中毒性血液 系统疾病的诊断	99
GB 17059—1997	职业性磷中毒的诊断	105
GB 17060—1997	X 射线行李包检查系统的放射卫生防护标准	111
GB/T 17061—1997	作业场所空气采样仪器的技术规范	115
GB/T 17062—1997	车间空气中锡及其无机化合物的火焰原子吸收光谱测定方法	123
GB/T 17063—1997	车间空气中铈及其化合物的火焰原子吸收光谱测定方法	127
GB/T 17064—1997	车间空气中甲硫醇的气相色谱测定方法	131
GB/T 17065—1997	车间空气中偏二甲基胍的气相色谱测定方法	136
GB/T 17066—1997	车间空气中二乙胺的气相色谱测定方法	139
GB/T 17067—1997	车间空气中三氧化二砷原子吸收光谱测定方法	142
GB/T 17068—1997	车间空气中甲酸的气相色谱测定方法	145
GB/T 17069—1997	车间空气中丙酸的气相色谱测定方法	149
GB/T 17070—1997	车间空气中苯基氯的气相色谱测定方法	152
GB/T 17071—1997	车间空气中苯基氰的气相色谱测定方法	155
GB/T 17072—1997	车间空气中对硝基苯胺的溶剂解吸气相色谱测定方法	158
GB/T 17073—1997	车间空气中环己酮的溶剂解吸气相色谱测定方法	162

GB/T 17074—1997	车间空气中乙醛的溶剂解吸气相色谱测定方法	165
GB/T 17075—1997	车间空气中丁醇的溶剂解吸气相色谱测定方法	169
GB/T 17076—1997	车间空气中异丁醇的溶剂解吸气相色谱测定方法	173
GB/T 17077—1997	车间空气中硫酸二甲酯的溶剂解吸液相色谱测定方法	177
GB/T 17078—1997	车间空气中三硝基苯酚的高效液相色谱测定方法	181
GB/T 17079—1997	车间空气中乙酸甲酯的溶剂解吸气相色谱测定方法	184
GB/T 17080—1997	车间空气中乙酸乙酯的溶剂解吸气相色谱测定方法	188
GB/T 17081—1997	车间空气中乙酸丙酯的溶剂解吸气相色谱测定方法	192
GB/T 17082—1997	车间空气中乙酸丁酯的溶剂解吸气相色谱测定方法	196
GB/T 17083—1997	车间空气中乙酸戊酯的溶剂解吸气相色谱测定方法	200
GB/T 17084—1997	车间空气中 2-甲氧基乙醇的溶剂解吸气相色谱测定方法	204
GB/T 17085—1997	车间空气中 2-乙氧基乙醇的溶剂解吸气相色谱测定方法	208
GB/T 17086—1997	车间空气中 2-丁氧基乙醇的溶剂解吸气相色谱测定方法	212
GB/T 17087—1997	车间空气中钨的等离子体发射光谱测定方法	216
GB/T 17088—1997	车间空气中 N-甲基苯胺的溶剂解吸气相色谱测定方法	220
GB/T 17089—1997	车间空气中 N,N-二甲基苯胺的溶剂解吸气相色谱测定方法	223
GB/T 17090—1997	车间空气中三氯乙烯的气相色谱测定方法	226
GB/T 17091—1997	车间空气中丁酮的溶剂解吸气相色谱测定方法	231
GB/T 17092—1997	车间空气中丙烯酸乙酯的溶剂解吸气相色谱测定方法	234
GB/T 17093—1997	室内空气中细菌总数卫生标准	237
GB/T 17094—1997	室内空气中二氧化碳卫生标准	239
GB/T 17095—1997	室内空气中可吸入颗粒物卫生标准	243
GB/T 17096—1997	室内空气中氮氧化物卫生标准	247
GB/T 17097—1997	室内空气中二氧化硫卫生标准	251
GB/T 17098—1997	居住区大气中酚类化合物卫生检验标准方法 4-氨基安替比林分光光度法...	253
GB/T 17099—1997	儿童少年血红蛋白筛检	260
GB 17100—1997	外科植入物用铸造钴铬钼合金	264
GB/T 17101—1997	桥梁缆索用热镀锌钢丝	269
GB/T 17102—1997	不锈钢复合钢冷轧薄钢板和钢带	275
GB/T 17103—1997	金属材料定量极图的测定	282
GB/T 17104—1997	金属管 管环拉伸试验方法	290
GB/T 17105—1997	致密定形耐火制品分类	294
GB/T 17106—1997	耐火材料导热系数试验方法(平行热线法)	298
GB/T 17107—1997	锻件用结构钢牌号和力学性能	307
GB 17108—1997	海洋功能区划技术导则	329
GB/T 17109—1997	粮食销售包装	350
GB/T 17110—1997	商店购物环境与营销设施的要求	355
GB/T 17111—1997	切削刀具——高速钢分组代号	362
GB/T 17112—1997	定心钻	365
GB/T 17113—1997	无绳电话机进网技术要求和测试方法	369
GB/T 17114—1997	160kbit/s 用户线数字倍增设备进网要求	392
GB/T 17115—1997	强制外循环式提取罐(机组)	407
GB/T 17116.1—1997	管道支吊架 第1部分:技术规范	416
GB/T 17116.2—1997	管道支吊架 第2部分:管道连接部件	519
GB/T 17116.3—1997	管道支吊架 第3部分:中间连接件和建筑结构连接件	620

前 言

本标准等效采用美国试验与材料协会标准 ASTM D 4294—90(1995)^{e1}《用能量色散 X 射线荧光光谱法测定石油产品中硫含量的标准实验方法》。

本标准与 ASTM D 4294—90(1995)^{e1}的主要差异如下：

1 ASTM D 4294—90(1995)^{e1}标准推荐的第一组和第三组硫标样都是 4 个，本标准均增加到 6 个，使测定更加准确。

2 在 ASTM D 4294—90(1995)^{e1}中，没有对 X 射线光路提出明确的要求，本标准对 X 射线光路规定：空气。并在注释中说明，如果仪器配置了氦气通道或其他气体通道，可以在测定硫含量小于 1.0% (m/m) 的样品时采用它们，这样可提高分析灵敏度，满足使用单位的要求。

3 ASTM D 4294—90(1995)^{e1}标准是采用校准标样对仪器漂移进行校正，而本标准除了保留原标准中的校正方法外还提出用标准化试样对仪器漂移进行校正，不用在每次分析样品前重新测定校准标样和绘制校准曲线，只需测定 1~2 个标准化试样就可以了，既简化操作手续又提高分析速度和节约校准标样。

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位：中国石油化工总公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人：顾若晶、裘乙琦。

中华人民共和国国家标准

石油产品硫含量测定法 (能量色散 X 射线荧光光谱法)

GB/T 17040—1997

Petroleum products—Determination of sulfur
—Energy-dispersive X-ray fluorescence spectroscopy

1 范围

1.1 本标准规定了用能量色散 X 射线荧光光谱法测定石油产品中硫含量的方法。

1.2 本标准适用于石脑油、馏分油、燃料油、渣油、润滑油基础油和无铅汽油等碳氢化合物。硫含量测定范围从 0.05% (m/m) ~ 5% (m/m)。

1.3 本标准涉及到一些有害健康的材料、操作和设备,但本标准没有说明使用它时所涉及到的所有安全问题。因此在使用本标准以前,用户必须建立一些合适的安全措施和有适用性的管理制度。对于一些特殊的预防说明见第 7 章。

2 引用标准

下列标准包括的条文,通过引用而构成本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定,下述引用标准都应是现行有效标准。

GB/T 4756 石油和液体石油产品取样法(手工法)

GB 4076 密封放射源一般规定

3 方法概要

把样品置于从 X 射线源发射出来的射线束中,激发能量可以从放射性源或者从 X 射线管得到,测定能量为 2.3 keV 的硫 K α 特征谱线强度,并将累积强度与预先制备好的校准样品的强度相比,从而获得质量百分浓度表示的硫含量。本标准规定需要三组校准标样。

4 意义和应用

许多石油产品的质量与硫的存在量有关,了解硫含量对于石油加工过程是很必要的,硫含量在石油产品中都有一定限制。

5 干扰

当样品中含有重金属添加剂如烷基铅时,对硫的测定有干扰。还有一些元素,如硅、磷、钙、钾和卤化物,在含量超过几百毫克/千克时也有干扰。在确定本标准精密度所使用的样品中钒含量高到 250 mg/kg、镍含量高到 50 mg/kg 和铁含量高到 15 mg/kg 时,对测定没有影响。

6 仪器

6.1 能量色散 X 射线荧光光谱仪:本标准使用的能量色散 X 射线荧光光谱仪至少要满足下列条件,并

国家技术监督局 1997-10-14 批准

1998-04-01 实施

且用它测定一些标准参考物质时,结果应该与已知值一致。

- 6.1.1 X射线激发源:其有效能量高于 2.5 keV。
- 6.1.2 可拆卸的样品盒:用可更换的能被 X 射线穿透的聚酯膜做窗口,装样最小深度为 3 mm。
- 6.1.3 X射线探测器:对能量为 2.3 keV 的硫 K α 谱线有最佳灵敏度。
- 6.1.4 过滤器或能把硫 K α 谱线与其他 X 射线区别开来的其他装置。
- 6.1.5 信号调节电子单元:具有脉冲计数功能和脉冲高度分析的功能。
- 6.1.6 显示器或打印机:能读出硫的计数率(cps)和质量百分浓度〔%(m/m)〕。

注

1 如果使用放射性源,则必须按照 GB 4076 的要求把它屏蔽起来。注意把放射性源取出时,必须由经过专门训练、懂得防护技术的人员来完成。

2 在使用 X 射线管作为激发源的分析仪时,要按照仪器厂家的安全说明书进行操作。

- 6.1.7 光路¹⁾:空气。

注:如果仪器配置了氦气通道或其他气体通道,则可以在测定硫含量小于 1.0%(m/m)的样品时采用它们。

- 6.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

7 试剂与材料

7.1 试剂

- 7.1.1 2-正丁基硫醚:高纯。分子式为(C₄H₉)₂S,硫含量为 21.91%(m/m)。

注:本标准使用的 2-正丁基硫醚是由美国“Phillips petroleum Co. Bartlesville, Okla”提供的。

注意:2-正丁基硫醚是可燃和有毒化合物。

7.2 材料

- 7.2.1 白油:食品机械专用白油,硫含量小于 20 mg/kg,在本标准中作为配制标样的稀释剂。

- 7.2.2 标准化试样²⁾:几个含硫的液体石油样品或熔融样品,其硫含量在绘制的校准曲线的含量范围内。在本标准中用于校正仪器的漂移。

注:熔融样品有的仪器厂家可以提供,也可以自己制备,不用时要保存在干燥器中。

8 取样

按 GB/T 4756 取得有代表性的样品。

9 准备工作

9.1 样品盒的准备

样品盒在使用前要保持清洁和干燥,样品杯不要重复使用,窗口材料用 6 μ m 的聚酯膜和聚碳酸酯膜。每测定一个样品,必须更换聚酯膜以防止被污染。样品盒上方应该有一小孔,防止分析挥发性样品时窗口膜变形。

注:芳香烃含量高的样品,有可能溶解聚碳酸酯膜。

9.2 硫标样的制备

- 9.2.1 按表 1 准确称取适量的白油和 2-正丁基硫醚于一个合适的具塞细口容器中,在室温下充分地混合,分别配成含量为 5%(m/m)、2.5%(m/m)和 1%(m/m)的三个初始标样,然后再按表 2 推荐的硫含量,用白油将三个初始标样稀释成三组不同含量范围的标样。每个标样的准确硫含量应该计算到小数后第三位。

采用说明:

1) ASTM D 4294—90(1995)⁴⁾未对光路作出明确规定。

2) ASTM D 4294—90(1995)⁴⁾没有采用标准化试样校正仪器的漂移。

表 1 初始标样的组成

硫的浓度 %(m/m)	白油的质量 g	2-正丁基硫醚的质量 g
5	48.6	14.4
2.5	44.7	5.7
1	47.7	2.3

表 2 硫标样的浓度 % (m/m)

序 号	第一组	第二组	第三组
1	0.00 ¹⁾	1.0 ²⁾	2.5 ³⁾
2	0.10	1.5	3.0
3	0.25	2.0	3.5
4	0.50	2.5	4.0
5	0.75		4.5
6	1.0		5.0

1) 白油,假定硫含量为 0.0%(m/m)。
2) 第一组中的 1.0%(m/m)的硫标样也可以用。
3) 第二组中的 2.5%(m/m)的硫标样也可以用。

9.2.2 被某些可靠的标准组织制备和鉴定过的标准参考物质,当它们的硫含量在本标准的测定范围时,也可作为本标准的标样。

9.2.3 标样在不用的时候要保存在一个具塞棕色玻璃瓶子中,放在黑暗和温度低的地方,发现标样有沉淀或浓度有变化,此标样就要报废。

9.3 仪器的准备

按照仪器厂家提供的说明书安装仪器,只要有可能,仪器应该连续运转以保持最佳的稳定性。

9.4 绘制校准曲线

9.4.1 将标样装入准备好的样品盒中,装样最小深度为 3 mm。

9.4.2 将样品盒放入仪器的样品室中,按 6.1 给出的条件,在仪器推荐的计数时间(一般为 50 s~300 s)内测定能量为 2.3 keV 的硫 K α 谱线强度。

9.4.3 每个标样要重复测定四次,每次测定都要用新样品盒和新取的标样,从获得的数据计算出每个标样的平均强度。

9.4.4 用计算出的平均强度对标样浓度绘制出三条含量范围不同的校准曲线。若仪器配置了计算机,则它可根据输入的标样浓度和测量的谱线强度,自动进行回归,绘制校准曲线。

9.4.5 为了确保仪器轻微漂移后校准曲线的有效性,必须进行标准化工作¹⁾,即在建立校准曲线的同时和在分析试样时,分别测定标准化试样的硫 K α 谱线强度(至少测定两次,取平均值),由 11.1 计算出仪器校正因子 F ,再由 11.2 计算出每个试样校正后的谱线强度。

采用说明:

1) ASTM D 4294—90(1995)⁴⁾中的标准化工作是用校准标样完成的,即每次分析样品前都要重新测定校准标样,绘制校准曲线。

10 试验步骤

10.1 将待测试样和选定的标准化试样分别装入样品盒,装样到所需深度并保证在窗口和液体之间没有空气泡。

注

1 如果是粘稠样品,则必须事先加热,使它能容易地倒入样品盒中。

2 若试样中硫含量大于 5.0%(m/m),则需事先用白油稀释。

注意:避免可燃性液体溢漏在分析仪内。

10.2 按照 9.4.2 步骤测定标准化试样和待测试样中硫 K α 谱线强度,每个试样连续读取两次谱线强度,算出平均值。

11 计算

11.1 仪器校正因子 F 按式(1)计算¹⁾:

$$F = A/B \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: A ——在建立校准曲线时测得的标准化试样谱线强度;

B ——在分析试样时测得的标准化试样谱线强度。

11.2 试样经校正后的谱线强度 I 按式(2)计算¹⁾:

$$I = I_1 F \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: I_1 ——试样在未校正前的平均谱线强度。

注:上述强度是指硫的 K α 谱线强度,均以计数率(cps)表示,即单位时间内的总计数。

11.3 把计算得到的 I 值在校准曲线上查出对应的硫含量,以质量百分数%(m/m)表示。如果仪器配置了计算机和自动分析程序,则以上计算将由计算机完成,并由打印机给出分析结果。

注:在使用本标准时,若不用标准化试样校正仪器漂移,就不需进行 11.1 和 11.2 中的计算。可在测定所需的校准标样和绘制校准曲线后,立即按 10.1 和 10.2 测定待测试样,然后用每个试样的平均谱线强度在校准曲线上查出对应的硫含量。若仪器配置了计算机,则它将自动进行回归,计算硫含量,并由打印机给出分析结果。

12 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

12.1 重复性(r)

同一操作者,在相同条件下使用同一设备测定同一样品的两个结果之差不应超过式(3)所得的数值(见表 3)。

$$r = 0.029(S + 0.6) \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: S ——两个结果的算术平均值,%(m/m)。

12.2 再现性(R)

两个实验室所提供的同一样品的两个结果之差不应超过式(4)所得的数值(见表 3)。

$$R = 0.063(S + 0.6) \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: S ——两个结果的算术平均值,%(m/m)。

13 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为试样的硫含量,以质量百分数%(m/m)表示,取至 0.01%(m/m)。

采用说明:

1) ASTM D 4294—90(1995)⁴⁾中没有使用公式(1)和(2)。

表 3 硫含量测定的重复性和再现性

%(m/m)

两个结果的平均值	重复性	再现性
0.05	0.02	0.04
0.1	0.02	0.04
0.5	0.03	0.07
1.0	0.05	0.10
2.0	0.08	0.16
3.0	0.10	0.23
4.0	0.13	0.29
5.0	0.16	0.35

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 6842:1989《表面活性剂——乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐——活性物质总含量的测定》。

本标准与国际标准 ISO 6842:1989 的差异:不用 99%乙醇,而用无水乙醇。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部表面活性剂标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:上海市染料研究所。

本标准主要起草人:王美芳、庄永斌。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国标准化协会(ISO 成员团体)的世界性联合组织。制定国际标准的工作是通过 ISO 的各个技术委员会进行的。凡对已建立技术委员会的项目感兴趣的每个成员团体,均有权参加该委员会。凡与 ISO 有联系的政府或非政府的国际组织,都可参加此项工作。ISO 与国际电工委员会(IEC)在电工技术标准化方面密切合作。

各技术委员会采纳的国际标准草案,先发给各成员团体表决,按 ISO 程序要求,至少需经成员团体投票数的 75%通过,方可由 ISO 理事会批准为国际标准。

国际标准 ISO 6842 是由 ISO/TC 91 表面活性剂技术委员会制定的。

第二版取代第一版(ISO 6842:1983)并稍作修订。

中华人民共和国国家标准

表面活性剂 乙氧基化醇和烷基酚 硫酸盐 活性物质总含量的测定

GB/T 17041—1997
idt ISO 6842 : 1989

Surface active agents—Sulfated ethoxylated alcohols
and alkylphenols—Determination of total active
matter content

1 范围

本标准规定了测定乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐中活性物质总含量的试验方法。

本标准适用于乙氧基化醇和烷基酚的硫酸化中和产品〔烷基醇氧乙烯醚硫酸盐(乙氧基化醇硫酸盐)或烷基酚氧乙烯醚硫酸盐(乙氧基化烷基酚硫酸盐)〕中活性物质总含量的测定。

总活性物质包括溶解于乙醇的有机物(烷基醚硫酸盐、烷基酚醚硫酸盐、聚乙二醇硫酸盐和非离子组分)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6372—86 表面活性剂和洗涤剂 粉状样品分样法(neq ISO 607:1980)

GB/T 13173.1—91 洗涤剂样品分样方法(eqv ISO 607:1980)

3 原理

在硫酸钠存在下将试样的乙醇溶液沸腾回流、过滤、蒸发滤液后称量残留物。将残留物溶解于丙酮溶液中,用硝酸银标准滴定溶液滴定,测定其中的氯化钠。用氯化钠含量校正残留物的质量。

4 试剂

4.1 无水乙醇。

4.2 二氯甲烷。

4.3 无水硫酸钠。

4.4 丙酮溶液:50%(V/V)。

4.5 硝酸银标准滴定溶液:[$c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]按 GB/T 601—88 中 4.21 规定的方法配制与标定。

4.6 铬酸钾:100 g/L 指示剂溶液。

5 仪器

普通实验室仪器,以及:

- 5.1 磨口锥形瓶,250 mL。
- 5.2 旋转蒸发器,配有 250 mL 圆底烧瓶。
- 5.3 冷凝管,与锥形瓶(5.1)相配。

6 采样

按照 GB/T 13173.1 规定制备和贮存表面活性剂实验室样品。

7 测定步骤

7.1 试样

从实验室样品(必要时加入已知的适量水使之均匀化)称取含 0.5~1.5 g 总活性物质的均匀试样(精确至 0.001 g),置于磨口锥形瓶(5.1)中。

7.2 测定

加入 100 mL 无水乙醇(4.1)和 100 mg 无水硫酸钠(4.3)至盛有试样的磨口锥形瓶(5.1)中,装上冷凝管(5.3)沸腾回流 30 min。

取下冷凝管,用无水乙醇冲洗冷凝管内壁和磨口锥形瓶颈部,收集洗涤液于磨口锥形瓶中,使其澄清。

将磨口锥形瓶中的溶液趁热通过快速滤纸滤入经预先干燥并称量(精确至 0.001 g)的圆底烧瓶(5.2)中,用 50 mL 热无水乙醇洗涤磨口锥形瓶,过滤洗涤液至圆底烧瓶中。

将圆底烧瓶装在旋转蒸发器(5.2)上,保持温度 40℃ 左右,用旋转蒸发器蒸发乙醇。然后加入 10 mL 二氯甲烷(4.2)并蒸发,再加入 10 mL 二氯甲烷重复此步骤,再将烧瓶装在旋转蒸发器上继续蒸发 15 min,除去最后的痕量水。

从旋转蒸发器上取下烧瓶,移入干燥器中放置 15 min,将烧瓶和残留物称量。

将烧瓶再装在旋转蒸发器上蒸发 15 min,然后移入干燥器中放置 15 min,再将烧瓶和残留物称量。重复干燥和称量步骤直至两次连续称量之差不超过 0.003 g。

用 60~80 mL 丙酮溶液(4.4)溶解残留物,加入 1 mL 铬酸钾指示剂溶液(4.6),用硝酸银标准滴定溶液(4.5)滴定至棕色不变。

7.3 空白试验

在测定试样的同时,用相同试剂按照同样的测定步骤,不加试样进行平行操作。

8 结果的表述

8.1 计算:

活性物质总含量(X)用质量百分数表示,按式(1)计算:

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

式中: m_0 ——试样的质量¹⁾,g;

m_1 ——残留物的质量,g;

1) 对稀释不均匀样品需校正。

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_0 ——空白试验耗用硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——测定残留物中氯化钠耗用硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

0.058 5——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯化钠质量。

8.2 精密度

在 15 个实验室进行比较分析得到的如下统计结果:

平均值[总活性物质, %(m/m)]: 58.67

重复性标准偏差, σ_r : 0.33

再现性标准偏差, σ_R : 0.94

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 完成鉴别试样的全部资料;
 - b) 使用的方法(包括本标准中的引用标准);
 - c) 结果和单位的表示方法;
 - d) 本标准或引用标准中未规定的或任选的任何操作细节, 以及会影响结果的情况。
-