



中华人民共和国国家标准

GB/T 7463—2008
代替 GB/T 7463—1987

表面活性剂 钙皂分散力的测定 酸量滴定法(改进 Schöenfeldt 法)

Surface active agents—Determination of the power to disperse calcium soap—
Acidimetric method(modified Schöenfeldt method)

(ISO 6387:1983,MOD)

2008-05-28 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 6387:1983《表面活性剂 钙皂分散力的测定 酸量滴定法(改进的 Schöenfeldt 法)》(英文版),与 ISO 6387:1983 的主要差异见附录 A。

本标准根据 ISO 6387:1983 重新起草。由于我国的法律和工业的特殊需要,本标准在修订原版和采用国际标准时进行了如下技术处理:

- 在规范性引用文件中,ISO 2174 对应的我国标准用 QB/T 2116—2006《洗衣膏》代替 1987 年版中的 GB/T 6367—1986《表面活性剂 已知钙硬度水的制备》;
- 对试剂中的油酸规定了原料型号,需符合 QB/T 2153—1995《工业油酸》中的 Y-8 型;
- 不等式(1)中表示体积的字母不应写成 V_1 ,以免与文中字母 V_1 解释意义相混淆;
- 将不等式(1)中的大于号($>$)改成大于等于号(\geq)。

本标准修改采用 ISO 6387:1983 时,为便于使用还进行了如下编辑性修改:

- a) 将“本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言。

本标准代替 GB/T 7463—1987《表面活性剂 钙皂分散力的测定 酸量滴定法(改进的 Schöenfeldt 法)》。

本标准与 GB/T 7463—1987 的主要变化见附录 A。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)、中国日用化学工业研究院。

本标准主要起草人:耿颢。

本标准首次发布于 1987 年,本次为第一次修订。

表面活性剂 钙皂分散力的测定 酸量滴定法(改进 Schöenfeldt 法)

1 范围

本标准规定了一种酸量滴定法,以测定使至少 95% 的钙皂完全分散保持 1 h 所需的分散剂(表面活性剂,下同)最低量。

注:本方法还可提供由于分散剂不足量时部分分散的钙皂量的数据。

本标准适用于所有类型的表面活性剂,只要这些表面活性剂不干扰钙皂的酸量滴定即可,但不应存在碱性无机盐,例如磷酸盐、碳酸盐和硅酸盐等。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

QB/T 2116—2006 洗衣膏

QB/T 2153—1995 工业油酸

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

钙皂分散力 power to disperse calcium soap

1 g 分散剂可以完全分散的肥皂的量,以克表示。

4 原理

配制 0.5% (质量分数)肥皂水溶液,在试验温度下放置 24 h 后,取一份此溶液的整份。将此整份和一份分散剂的稀溶液混合。然后再与一规定体积的已知钙硬度的水混合。保持该混合物于试验温度下放置 1 h (使得钙皂絮凝层到表面),以溴甲酚绿作指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定一整份下层溶液中存在的钙皂。

5 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

5.1 已知钙硬度的水,1 000 mg/L。

按 QB/T 2116—2006 中附录 A 的规定配制并标定。

5.2 油酸钠,100 g/L 水溶液。

5.2.1 油酸,QB/T 2153—1995 中 Y-8 型。

5.2.2 氢氧化钠(GB/T 629), $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 溶液。

称取 92.7 g 油酸(准确至 0.001 g),用 1 mol/L 氢氧化钠溶液 328.5 mL 溶解。冷却至室温,定量地转移至 1 000 mL 单刻度容量瓶中,用水定容。

5.3 盐酸(GB/T 622), $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液。

5.4 溴甲酚绿(GB/T 15349)指示液, 1 g/L。

溶解 0.25 g 溴甲酚绿于 57.2 mL 浓度为 $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ 的氢氧化钠溶液中, 定量转移该溶液至 250 mL 单刻度容量瓶中, 用水定容。

6 仪器

普通实验室仪器和

6.1 具塞量筒, 100 mL。

6.2 移液管, 10 mL、20 mL 和 50 mL。

6.3 恒温水浴, 可控温 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。

7 程序

7.1 样品的制备

7.1.1 稀皂液

移取 50.0 mL 油酸钠溶液(5.2), 相当于 5.00 g 无水皂, 置于 1 000 mL 单刻度容量瓶中, 用水定容。试验前保持溶液于 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 下最短 24 h, 最长不超过 48 h。

7.1.2 分散剂溶液

溶解 1.00 g 分散剂(如果分散力低, 则需用 5.00 g)于 1 L 水中, 并加热至试验温度。

7.2 皂液的滴定

用移液管移取 20.0 mL 稀皂液(7.1.1)至 100 mL 单刻度容量瓶中, 用水定容。

移取 10.0 mL 上述溶液于一三角瓶内, 加三滴溴甲酚绿指示液(5.4), 记录用盐酸标准滴定溶液(5.3)滴定至溶液由蓝色突变为绿色所需的体积数(V_0)。

7.3 测定

用移液管移取 20.0 mL 稀皂液(7.1.1)至具塞量筒(6.1)中, 加入 V_1 mL 的分散剂溶液(7.1.2)和 $(80 - V_1 - V_2)$ mL 预加热至试验温度的蒸馏水。用磨口玻璃塞盖上量筒, 以缓慢倒转量筒并复位的方式使其混合, 这个操作需 1 s, 重复操作 3 次。

加入 V_2 mL 的已知钙硬度水(5.1)(此处系加 30 mL), 盖上磨口玻璃塞后如前进行混合, 重复该操作 5 次, 然后将量筒放在恒温水浴(6.3)中, 在温度 $(40 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 下保持 5 min, 如前再次混合, 重复操作 5 次, 然后将一支上端用气密塞密封的 10 mL 移液管(6.2), 放置量筒中, 使尖嘴离量筒底部约 1 cm(见图 1)。

把量筒放回到恒温水浴中 1 h, 然后去掉移液管上的气密塞, 移取 10.0 mL 溶液于一三角瓶内, 加三滴溴甲酚绿指示液(5.4), 记录用盐酸标准滴定溶液(5.3)滴定至溶液由蓝色突变为绿色所需的体积数(V_3)。

用已知钙硬度水(5.1)与不同量的分散剂进行一系列试验, 以便能测出分散剂溶液的最小体积 $V_{1\text{最小}}$, 则应满足式(1):

$$V_3 \geq 0.95V_0 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_0 ——滴定原始皂液(7.2)所用盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_3 ——测定无絮凝皂的钙皂液所用的盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

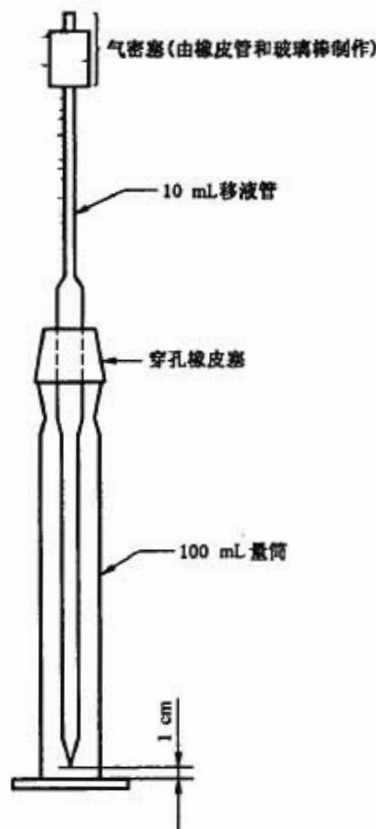


图 1

8 结果的表示

8.1 计算方法

钙皂分散力,以分散的肥皂量除以分散剂的最小量表示,由式(2)或式(3)计算:

对于 0.1%(质量分数)分散剂溶液:

$$\text{钙皂分散力} = \frac{100}{V_{1\text{最小}}} \dots\dots\dots(2)$$

对于 0.5%(质量分数)分散剂溶液:

$$\text{钙皂分散力} = \frac{20}{V_{1\text{最小}}} \dots\dots\dots(3)$$

8.2 精密度

在 9 个实验室对 3 种表面活性剂,在温度 40℃,用 14.28 mmol/L 肥皂硬水溶液进行比较试验,得到的统计数据示于表 1。

表 1 3 种表面活性剂的比较试验数据

表面活性剂	A	B	C
平均值	14.0	21.6	24.3
再现性标准偏差	2.5	2.2	2.2

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 完全鉴别样品所需的全部资料；
- b) 所用的测定方法(引用本国家标准的编号)；
- c) 所得结果和表示方法；
- d) 试验条件(恒温水浴的温度、所用水的硬度)；
- e) 本标准中未规定的或自选的任何操作细节,以及会影响结果的任何情况；
- f) 测定过程中出现的任何异常情况；
- g) 试验日期及环境条件。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 6387:1983 和 GB/T 7463—1987 的对比

A.1 表 A.1 给出了本标准与 ISO 6387:1983 和 GB/T 7463—1987 的技术性差异及修订原因的一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 6387:1983 和 GB/T 7463—1987 的技术性差异及修订原因

1987 年版本章条号	1987 年版本内容	本标准章条号	本标准内容	ISO 章条号	ISO 6387:1983 内容	修订原因
6.1	已知钙硬度的水:1 000 mg/L	5.1	已知钙硬度的水,1 000 mg/L	6.1	未规定具体硬度	继续遵照 1987 年版本规定的硬水试验条件
7.3	恒温水浴锅(40±0.5)℃	6.3	恒温水浴锅,可控温(40±0.5)℃	7.3	恒温水浴锅温度范围(27±0.5)℃至(40±0.5)℃	根据我国居民用皂洗涤习惯,只规定(40±0.5)℃试验条件
8.1.1,试验温度(40±0.5)℃	7.1.1	试验前保持溶液于(40±0.5)℃下.....	8.1.1,试验温度27℃~40℃	根据我国居民用皂洗涤的习惯
8.3加入 30 mL 的已知钙硬度水.....	7.3	加入 V ₂ mL 的已知钙硬度水(此处系加 30 mL),	8.3	加入 V ₂ mL 已知钙硬度水.....	根据我国国情水硬度平均约 300 mg/L,故规定用 1 000 mg/L 硬水 30 mL
8.3	则应满足式(1) $V_1 > 0.95V_0$ 。 式中: V ₁ ——测定无絮凝皂的钙皂液所用的盐酸溶液的体积,mL	7.3	则应满足式(1) $V_2 \geq 0.95V_0$ 。 式中: V ₁ ——测定无絮凝皂的钙皂液所用的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)	8.3	则应满足式(1) $V_2 \geq 0.95V_0$ 。 式中: V ₂ ——测定无絮凝皂的钙皂液所用的盐酸溶液的体积,mL	GB/T 7463—1987 用 V ₁ 表示,易与加入分散剂的 V ₁ 的意义相混淆,故应修订