

# 中华人民共和国国家标准

## 乙氧基化烷基硫酸钠 平均相对分子量的测定

GB/T 13530.3—92

Sodium ethoxylated alkyl sulfate—  
Determination of the mean relative molecular mass

本标准参照采用国际标准 ISO 6843—1988《表面活性剂——乙氧基化醇和烷基酚的硫酸盐——平均相对分子量的测定》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定乙氧基化烷基硫酸钠(简称 AES)平均相对分子量的方法。

本标准适用于每个分子中氧乙烯基团数不多于 20 个的乙氧基化烷基硫酸钠产品。

### 2 引用标准

GB 5173 洗涤剂中阴离子活性物的测定 直接两相滴定法

### 3 方法概要

试验份用饱和氯化钠水溶液和乙酸乙酯-正丁醇混合液萃取分离。水相含聚乙二醇、聚乙二醇硫酸钠及硫酸钠;有机相含乙氧基化烷基硫酸钠及未硫酸化物(乙氧基化醇、脂肪醇、烷烃)。用旋转蒸发器蒸发有机相。残余物溶于无水甲醇,溶液通过中速滤纸收集于 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度。将此溶液的一半通过离子交换柱,测定未硫酸化物;另一半蒸发溶剂后称量残余物。将残余物重新溶于水,测定氯化钠及阴离子活性物含量。残余物的质量减去未硫酸化物和氯化钠的质量,即为乙氧基化烷基硫酸钠的质量。再根据两相滴定测出的乙氧基化烷基硫酸钠的摩尔数,计算其平均相对分子量。

### 4 试剂和材料

分析中只用认可的分析纯试剂和蒸馏水或纯度相当的水。

- 4.1 无水甲醇。
- 4.2 95%乙醇(GB 679)。
- 4.3 乙醇乙酯-正丁醇:9:1 体积混合物。乙酸乙酯应符合 HG 3—1226,正丁醇应符合 HG 3—1012。
- 4.4 氯化钠(GB 1266):59 g/L 水溶液。
- 4.5 盐酸(GB 622):73 g/L 水溶液。
- 4.6 氢氧化钠(GB 629):80 g/L 水溶液。
- 4.7 硝酸银(GB 670): $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$  标准溶液。
- 4.8 铬酸钾(HG 3—918):5%水溶液。
- 4.9 强碱性苯乙烯系阴离子交换树脂(HG 2—886):201×7,150~330  $\mu\text{m}$ 。
- 4.10 强酸性苯乙烯系阳离子交换树脂(HG 2—885):001×7,150~330  $\mu\text{m}$ 。

## 5 仪器

普通实验室仪器和

5.1 分液漏斗:容量 250 mL。

5.2 夹套分液漏斗:容量 250 mL,配超级恒温水浴。

5.3 旋转蒸发器:配有容量为 250 mL 的圆底烧瓶和能控温的水浴。

5.4 离子交换柱(2支):内径 1 cm,长 50 cm 玻璃管,底部缩小并配有玻璃旋塞。在底部放一团玻璃棉(1 cm 厚),以支撑离子交换树脂。

## 6 程序

### 6.1 试验份

称取 5 g(称准至 0.01 g)实验室样品(相当于含 8 mmol 阴离子活性物)至 150 mL 烧杯中。

### 6.2 离子交换树脂的制备

#### 6.2.1 阴离子交换树脂

取 0.5 kg 阴离子交换树脂(4.9)在水中浸泡 48 h,转移到适当柱中,使 2.5 L 氢氧化钠溶液(4.6)流过柱,接着将 1.5 L 水、2 L 盐酸溶液(4.5)依次流过柱,并再用 1.5 L 水洗涤。处理好的树脂贮存于水中。

#### 6.2.2 阳离子交换树脂

取 0.5 kg 阳离子交换树脂(4.10)在水中浸泡 48 h,转移到适当的柱中,使 2.5 L 盐酸溶液(4.5)流过柱,然后用水洗涤至流出液呈中性。处理好的树脂贮存于水中。

### 6.3 树脂的最后制备

将按 6.2.1 规定制得的阴离子交换树脂装入一支离子交换柱(5.4),床层高度 30 cm,将 5 倍于树脂体积的氢氧化钠溶液(4.6)流过柱,用水洗至中性,然后用 2 倍于树脂体积的乙醇(4.2)洗涤。当乙醇进入树脂后,树脂中产生气泡,此时应将交换柱的上下两端均塞住,使交换柱翻转,排出气泡。

将按 6.2.2 规定制得的阳离子交换树脂装入另一支离子交换柱(5.4),床层高度 30 cm,用 2 倍于树脂体积的乙醇(4.2)洗涤,以下操作同阴离子树脂制备。

### 6.4 离子交换柱的安装

阳离子柱在上,阴离子柱在下,阳离子柱顶置一 250 mL 梨形分液漏斗,三者用橡皮塞串联起来,阴离子柱下置一 500 mL 锥形瓶。

从漏斗中加入 50 mL 乙醇(4.2)洗涤树脂,打开最下端活塞,使乙醇流出至液面稍高于树脂床顶面,立即关上旋塞。流出的乙醇弃去。

### 6.5 萃取分离

用 50 mL 氯化钠溶液(4.4)和 50 mL 乙酸乙酯-正丁醇混合液(4.3)溶解试验份(6.1),转移该溶液至分液漏斗(5.1)中。用 5 mL 氯化钠溶液(4.4)和 5 mL 乙酸乙酯-正丁醇混合液(4.3)冲洗烧杯(2次),冲洗液并入分液漏斗中。猛烈摇动分液漏斗。使之分相。

将水相放至夹套分液漏斗(5.2)中,调温至 60℃。加 5 g 固体氯化钠并摇动至完全溶解,再加 50 mL 乙酸乙酯-正丁醇混合液(4.3)并摇动。

分相后弃去水相。将两次的有机相合并于旋转蒸发器的圆底烧瓶中。用旋转蒸发器(5.3)在水喷射泵的减压下蒸发溶剂。水浴温度起始于 25℃,以后逐渐升温,最后升至 50℃,蒸发至干。

取下圆底烧瓶,向瓶中加入 10 mL 甲醇(4.1)使残余物溶解。重复上述蒸发。

### 6.6 脱盐处理

用甲醇(4.1)溶解残余物,溶液通过中速滤纸收集于 100 mL 容量瓶中,充分洗涤烧瓶和滤纸。最后用甲醇(4.1)定容至刻度,摇匀。