

工业烷基苯中可磺化物含量的测定

Determination of sulphonatable matter
content for industrial alkylbenzene

本标准适用于测定工业烷基苯的可磺化物。

1 原理

本方法是采用将工业烷基苯用发烟硫酸磺化，经氢氧化钠中和，用正戊烷（或石油醚）抽提不磺化物。由差减法求得可磺化物的百分含量。

2 定义

可磺化物为在试验条件下能同发烟硫酸反应的烷基化物。

3 仪器

- 3.1 电动搅拌器。
- 3.2 三口烧瓶，100 ml。
- 3.3 水银温度计，100℃，分度为1℃。
- 3.4 滴液漏斗，60 ml。
- 3.5 具塞量筒，250 ml。
- 3.6 量筒，100 ml。
- 3.7 虹吸管，内径3~4 mm，管端内径1~2 mm。

4 试剂

- 4.1 发烟硫酸（配制成含SO₃ 20%），分析纯。
- 4.2 氢氧化钠（颗粒状），分析纯。
- 4.3 95%乙醇，分析纯。
- 4.4 正戊烷（或石油醚，馏程30~60℃），分析纯。
- 4.5 丙酮，分析纯。

5 试验程序

5.1 精确称取烷基苯样品10g（准确至1 mg）于三口烧瓶（3.2）中（小心地加入样品，切勿使样品溅在壁上）。在三口烧瓶的中口和一个侧口分别装上搅拌器（3.1）和温度计（3.3）。按烃：酸=1:1.2（质量）称取发烟硫酸（4.1）于滴液漏斗（3.4）中，将滴液漏斗插入三口烧瓶另一侧口内。开动搅拌器，速度不宜太快，同时调节水浴温度到51℃。当反应瓶内液体温度升到51℃时，开始滴加发烟硫酸，加酸速度以保持反应温度55±1℃为宜。反应5 min后加快搅拌。加酸时间为20 min，然后保持温度55±1℃，继续搅拌20 min。

5.2 磺化完成后，将反应物冷却到40℃以下，用14%的氢氧化钠溶液中和到pH7~8（用酚酞作指示剂），中和温度控制在50~60℃。然后用80 ml热蒸馏水把反应物定量地转移到具塞量筒（3.5）中，再用50 ml乙醇（4.3）洗涤三口烧瓶、搅拌器及温度计，洗液并入具塞量筒中。