



中华人民共和国国家标准

GB/T 15818—2018
代替 GB/T 15818—2006

表面活性剂生物降解度试验方法

Test method for biodegradability of surfactants

2018-12-28 发布

2019-07-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

订单号: 0100210804087309 防伪编号: 2021-0804-0243-3022-6095 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 15818—2006《表面活性剂生物降解度试验方法》。本标准与 GB/T 15818—2006 相比,主要技术变化如下:

- 修改了振荡培养机的要求(见 6.2,2006 年版的 5.2);
- 增加了新的基础营养液(见 7.2.1);
- 删除了用脱脂棉过滤的部分(见附录 A);
- 增加了脂肪酸类表面活性剂的测定方法(见附录 E);
- 增加了表面张力法的测定方法(见附录 G)。

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(SAC/TC 272)归口。

本标准起草单位:中国日用化学研究院有限公司[国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)]、赞宇科技集团股份有限公司、西安开米股份有限公司、深圳市芭格美生物科技有限公司。

本标准主要起草人:王开湘、肖伟、葛赞、于文、郭宏涛、方灵丹。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15818—1995、GB/T 15818—2006。

北京中培质联 专用

订单号: 0100210804087309 防伪编号: 2021-0804-0243-3022-6095 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

表面活性剂生物降解度试验方法

1 范围

本标准规定了表面活性剂初级生物降解度的试验方法。

本标准适用于测定具有磺酸基和硫酸基的阴离子表面活性剂,聚氧乙烯基团单链 EO 加合数为 3~40 和二、三、四链总 EO 加合数 6~60 的表面活性剂,烷基糖苷类表面活性剂,阳离子与两性离子表面活性剂,脂肪酸类表面活性剂,具较丰富泡沫的表面活性剂和可以有效降低水的表面张力的表面活性剂的生物降解度。本标准也适用于洗涤剂中上述表面活性剂生物降解度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 5173 表面活性剂 洗涤剂 阴离子活性物含量的测定 直接两相滴定法

GB/T 5174 表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物含量的测定 直接两相滴定法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13173 表面活性剂 洗涤剂试验方法

GB/T 19464 烷基糖苷

QB/T 2344 两性表面活性剂 脂肪烷基二甲基甜菜碱

QB/T 2739 洗涤用品常用试验方法 滴定分析(容量分析)用试验溶液的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

生物降解 biodegradability

有机物在生命有机体的复杂活动下发生的分子降解。

3.2

初级生物降解 primary biodegradability

原始母体分子特性在一定程度上的消失。

3.3

消失时间 DT-90 disappear time(DT-90)

表面活性剂生物降解度达到初始浓度的 90%时所消耗的时间。

4 原理

以表面活性剂试样经培养驯化的活性污泥做降解生物源,加入试验份中进行振荡培养,测定培养周期中表面活性剂的减少量,得到试样的 DT-90 和规定时间的生物降解度。

订单号: 0100210804087309 防伪编号: 2021-0804-0243-3022-6095 购买单位: 北京中培质联

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 GB/T 6682 规定的三级水。

- 5.1 氯化铵。
- 5.2 磷酸氢二钾。
- 5.3 磷酸二氢钾。
- 5.4 磷酸氢二钠。
- 5.5 硫酸镁。
- 5.6 氯化钾。
- 5.7 氯化钙。
- 5.8 硫酸亚铁。
- 5.9 三氯化铁。
- 5.10 酵母浸膏(生化试剂)。
- 5.11 直链十二烷基苯磺酸钠:含量 95%以上,生物降解度大于 99%。
- 5.12 直链十二醇聚氧乙烯醚(7EO):含量 98%以上,生物降解度大于 99%。
- 5.13 微生物源:活性污泥取自处理民用废水的污水处理厂,活性污泥悬浊物的质量浓度应调整为 10 g/L~20 g/L,采样后在 5 h 内使用。
- 5.14 甲醛。
- 5.15 盐酸。

6 仪器

常用实验室仪器和以下各项。

- 6.1 振荡培养瓶:容量 1 000 mL,于烘箱中在 170 ℃灭菌 1 h~2 h。用硅胶塞塞紧,硅胶塞用压力蒸汽灭菌器灭菌。
- 6.2 振荡培养机:振幅 20 mm 以上,振荡频率 40 次/min~300 次/min 可调,恒温范围 5 ℃~50 ℃,温控精度±2 ℃。振荡培养机应能够对运行时的温度、转速进行实时记录和监控,确认整个测试周期的温度、转速满足 7.7 的规定。RHZJ-I 智能型生物降解培养机¹⁾可以满足此要求。
- 6.3 压力蒸汽灭菌器:额定温度 126 ℃,额定压力 0.14 MPa。

7 试验程序

7.1 试样的制备

- 7.1.1 试样若以洗涤剂或其他混合物形式存在时应按 GB/T 13173 制备表面活性剂试样。
- 7.1.2 试验份参照物(5.11、5.12)制成中性 1 g/L 溶液,备用。
- 7.1.3 分离后的表面活性剂试样制成中性 1 g/L 溶液,备用。
- 7.1.4 脂肪酸等样品中性时不溶于水,配制溶液时可加热、加碱液至其溶解,制成 1 g/L 溶液,备用。

1) RHZJ-I 智能型生物降解培养机是适合的市售产品的实例。给出这一个信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对这一产品的认可。

7.2 基础培养基溶液的制备

7.2.1 用于试验的培养基溶液组成

水	1 000 mL
氯化铵	3.0 g
磷酸氢二钾	1.0 g
硫酸镁	0.25 g
氯化钾	0.25 g
硫酸亚铁	0.002 g
酵母浸膏	0.3 g

酵母浸膏在使用前加入。已加入酵母浸膏的营养基溶液存放超过 8 h,则要进行高压灭菌处理(于 0.11 MPa~0.13 MPa,122 ℃~125 ℃,灭菌 20 min),试验中所采用的水应不含抑菌物。

7.2.2 无酵母膏的培养基溶液的制备(烷基糖苷类和糖酯类表面活性剂用此溶液)

溶液 a:

溶解磷酸二氢钾	8.5 g
磷酸氢二钾	21.75 g
磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)	67.2 g
氯化铵	0.5 g

用水定容至 1 000 mL。

为了确保该缓冲溶液,建议测定其 pH 值,大约在 7.4 左右。如果不符合需要重新配制。

溶液 b:

溶解硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 22.5 g,用水定容至 1 000 mL。

溶液 c:

溶解氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 36.4 g,用水定容至 1 000 mL。

溶液 d:

溶解三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.25 g,用水定容至 1 000 mL。该溶液现用现配,或者加一滴浓盐酸(HCl)防止产生沉淀。

1 000 mL 的无酵母膏的培养基溶液的制备:

先加 800 mL 的水,再分别依次加入溶液 a 10 mL,溶液 b~溶液 d 各 1 mL,然后用水稀释至 1 000 mL。

该溶液现用现配,溶液 a、溶液 b、溶液 c、溶液 d 常温于暗处可储存 6 个月。

7.3 试验溶液的制备

7.3.1 在含 500 mL 基础培养基溶液(7.2)的培养瓶中,加入试验份(7.1),质量浓度约 30 mg/L。

7.3.2 为了验证试验条件,在另一份 500 mL 基础培养基溶液(7.2)中加入直链十二烷基苯磺酸钠溶液或直链十二醇聚氧乙烯醚(7EO)溶液(7.1.2)作为对照试验培养瓶,使质量浓度约 30 mg/L。

7.3.3 空白试验液:基础培养基溶液(7.2)500 mL,不加表面活性剂。

7.4 活性污泥的接种

在 7.3 的各培养瓶中,分别加入 5 mL 活性污泥悬浊液(5.13)。

7.5 培养

将培养瓶安装在振荡培养机(6.2)上,于 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$, $200\text{ 次/min} \pm 1\text{ 次/min}$ 进行振荡,培养 72 h。

7.6 驯化

量取基础培养基溶液(7.2) 500 mL 于驯化瓶中,加入培养液(7.5) 5 mL,加入试验溶液(7.1.2)、(7.1.3)后,将驯化瓶安装在振荡培养机(6.2)上,于 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$, $200\text{ 次/min} \pm 1\text{ 次/min}$ 进行振荡,驯化 72 h。

7.7 生物降解度试验

量取基础培养基溶液(7.2) 500 mL 于降解瓶中,加入驯化液(7.6) 5 mL,加入试验溶液(7.1.2)、(7.1.3)后,将降解瓶安装在振荡培养机(6.2)上,于 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$, $200\text{ 次/min} \pm 1\text{ 次/min}$ 进行振荡,振荡 30 min 后取样,按附录中相应的定量方法测定初始降解液的表面活性剂浓度。以后继续在上述条件下振荡,根据要求在需要时间内取样测定,逐步得到 DT-90 试验结果。或在满 7 d 及满 8 d 时,分别从各降解液瓶中取样测定降解液中的表面活性剂浓度。测定方法据试样特性分别按附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G 进行。

如果不及时测定,则按每 100 mL 阴离子表面活性剂试样溶液中加入 1 mL 甲醛溶液(5.14)以便保存。其他表面活性剂试验溶液不可加甲醛保存,否则会影响结果的准确性。

8 结果计算

如果参照物直链十二烷基苯磺酸钠的生物降解度低于 97.5% 或直链十二醇聚氧乙烯醚(7EO)的生物降解度低于 95.0%,以及第七天和第八天的降解度之差大于 2.0% 时,则试验无效。

表面活性剂的生物降解度 X 以质量分数计,按式(1)计算:

$$X = \frac{\rho_0 - \rho_x}{\rho_0} \times 100 \text{ 或 } X = \frac{V_0 - V_x}{V_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— x 时间后的生物降解度, %;

ρ_0 ——降解开始时降解液中表面活性剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_x ——降解 x 时间后降解液中表面活性剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_0 ——降解开始时降解液中表面活性剂的泡沫体积,单位为毫升(mL);

V_x ——降解 x 时间后降解液中表面活性剂的泡沫体积,单位为毫升(mL)。

所得结果保留至小数点后一位。

9 结果报告

根据要求,DT-90 的结果以降解度达到 90% 所消耗的时间报出;或最终降解结果以第 7 天的降解度(%)报出。

附录 A (规范性附录)

阴离子表面活性剂的测定——亚甲基蓝法

A.1 原理

阴离子表面活性剂与亚甲基蓝形成的络合物用三氯甲烷萃取,然后用分光光度法测定阴离子表面活性剂含量。

A.2 适用范围

本方法适用于含磺酸基和硫酸基的阴离子表面活性剂。

A.3 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 GB/T 6682 规定的三级水。

A.3.1 阴离子表面活性剂标准溶液:按 GB/T 5173 测定纯度。称取相当于 100% 的参照物(5.11)1 g (准确至 0.001 g),用水溶解、转移并定容至 1 000 mL,混匀。此溶液阴离子表面活性剂质量浓度为 1 g/L。

A.3.2 阴离子表面活性剂使用溶液:移取阴离子表面活性剂标准溶液 10.0 mL,于 1 000 mL 容量瓶中,加水定容,混匀,则该使用溶液阴离子表面活性剂质量浓度为 0.01 mg/mL。

A.3.3 硫酸。

A.3.4 磷酸二氢钠洗涤液:将磷酸二氢钠 50 g 溶于水中,加入硫酸(A.3.3)6.8 mL,定容至 1 000 mL。

A.3.5 亚甲基蓝溶液:称取亚甲基蓝 0.1 g,用水溶解并稀释至 100 mL,移取此溶液 30 mL,用磷酸二氢钠洗涤液(A.3.4)稀释至 1 000 mL。

A.3.6 三氯甲烷。

A.4 仪器

常用实验室仪器和分光光度计,波长 360 nm~800 nm。

A.5 操作步骤

A.5.1 工作曲线的绘制

准确移取质量浓度为 0.01 mg/mL 阴离子表面活性剂使用溶液(A.3.2)0 mL(作为空白参比液)、3.0 mL、6.0 mL、9.0 mL、12.0 mL、15.0 mL,分别于 250 mL 分液漏斗中,加水使总体积达 100 mL。加入亚甲基蓝溶液(A.3.5)25 mL,混匀后加入三氯甲烷(A.3.6)15 mL,振荡 30 s,静置分层;若水层中蓝色褪去,应补加亚甲基蓝溶液 10 mL,再振荡 30 s,静置 10 min。

将三氯甲烷层放入另一 250 mL 分液漏斗中(切勿将界面絮状物随三氯甲烷带出),重复萃取至三氯甲烷层无色。

合并的三氯甲烷萃取液中加入磷酸二氢钠溶液(A.3.4)50 mL,振荡 30 s,静置 10 min,将三氯甲烷层放入 100 mL 容量瓶中,加入三氯甲烷 5 mL 到分液漏斗中,重复萃取至三氯甲烷层无色,所有的三氯甲烷层放入 100 mL 容量瓶中,再用三氯甲烷定容,混匀。

用分光光度计于波长 650 nm、10 mm 比色池,以空白参比液做参比,测定试液的净吸光值。以表面活性剂质量(mg)为横坐标,净吸光值为纵坐标,绘制工作曲线或以一元回归方程 $y=a+bx$ 计算。

A.5.2 降解试液中表面活性剂含量的测定

准确移取适量体积(降解初始取样量 2 mL~5 mL,降解过程取样量可适当增加至 50 mL)的降解液(7.7)于 250 mL 分液漏斗中,加水至 100 mL,以下步骤按 A.5.1“加入亚甲基蓝溶液 25 mL……再用三氯甲烷定容,混匀”程序进行。

以同样程序测定空白试验液(7.3.3)。

用分光光度计于波长 650 nm、10 mm 比色池,以空白试验液做参比,测定试液的净吸光值,由净吸光值与工作曲线或 $y=a+bx$ 计算得到表面活性剂质量浓度,以 mg/L 表示。

A.6 结果计算

阴离子表面活性剂的质量浓度 ρ ,按式(A.1)计算:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ρ ——阴离子表面活性剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——从工作曲线或计算得到的试液中阴离子表面活性剂含量,单位为毫克(mg);

V ——取样体积,单位为升(L)。

附录 B

(规范性附录)

乙氧基型表面活性剂的测定——硫氰酸钴法

B.1 原理

乙氧基型表面活性剂与硫氰酸钴所形成的络合物用三氯甲烷萃取,然后用分光光度法测定表面活性剂含量。

B.2 适用范围

本方法适用于聚氧乙烯型单链 EO 加合数 3~40,双链、三链、四链总 EO 加合数 6~60 的表面活性剂以及聚乙二醇(摩尔质量 300 g/mol~1 000 g/mol)、聚醚等表面活性剂。

B.3 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 GB/T 6682 规定的三级水。

B.3.1 乙氧基型表面活性剂标准溶液:按 GB/T 13173 测定纯度。称取相当于 100% 的参照物(5.12) 1 g(准确至 0.001 g),用水溶解、转移并定容至 1 000 mL,混匀。此溶液乙氧基型表面活性剂质量浓度为 1 g/L。

B.3.2 乙氧基型表面活性剂使用溶液:移取乙氧基型表面活性剂标准溶液 25.0 mL 于 250 mL 容量瓶中,加水定容,混匀,则该使用溶液表面活性剂质量浓度为 0.1 mg/mL。

B.3.3 硫氰酸铵。

B.3.4 硝酸钴(六水合物)。

B.3.5 苯。

B.3.6 硫氰酸钴铵溶液:将 620 g 硫氰酸铵(B.3.3)和 280 g 硝酸钴(B.3.4)溶于少量水中,混合均匀后定容至 1 000 mL,然后分别用 30 mL 苯萃取两次后备用。

B.3.7 氯化钠。

B.3.8 三氯甲烷。

B.4 仪器

常用实验室仪器和分光光度计,波长 200 nm~800 nm。

B.5 操作步骤

B.5.1 工作曲线的绘制

准确移取质量浓度为 0.1 mg/mL 乙氧基型表面活性剂使用溶液(B.3.2)0 mL(作为空白参比液)、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL、25.0 mL、30.0 mL、35.0 mL,分别于 250 mL 分液漏斗中,加水使总体积达 100 mL,加入硫氰酸钴铵溶液(B.3.6)15 mL,稍混匀加入 35.5 g 氯化钠(B.3.7),充分振荡 1 min,静置

15 min 后加入三氯甲烷(B.3.8)15 mL,再振荡 1 min,静置 15 min 后将三氯甲烷层放入 50 mL 容量瓶中(切勿将界面絮状物随三氯甲烷层带出),再重复萃取两次,用三氯甲烷定容,混匀。

用紫外分光光度计于波长 319 nm、10 mm 石英池,以空白参比液做参比,测定试液的净吸光值。以表面活性剂质量(mg)为横坐标,净吸光值为纵坐标,绘制工作曲线或以一元回归方程 $y = a + bx$ 计算。

B.5.2 降解试液中表面活性剂含量的测定

准确移取降解试液(7.7)50.0 mL 于 250 mL 分液漏斗中,加水 50 mL(降解近终点时降解试液移取量应增加至 100 mL,不再补加水),以下步骤按 B.5.1“加入硫氰酸钴铵溶液 15 mL……用三氯甲烷定容,混匀”程序进行。

以同样程序测定空白试验液(7.3.3)。

用紫外分光光度计于波长 319nm、10 mm 比色池,以空白试验液做参比,测定试液的净吸光值。由净吸光值与工作曲线或 $y = a + bx$ 计算得到表面活性剂质量浓度,以 mg/L 表示。

B.6 结果计算

乙氧基型表面活性剂的质量浓度 ρ ,按式(B.1)计算:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

ρ ——乙氧基型表面活性剂质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——从工作曲线或计算得到的试液中乙氧基型表面活性剂含量,单位为毫克(mg);

V ——取样体积,单位为升(L)。

注:阴离子表面活性剂、阳离子表面活性剂、两性表面活性剂及聚乙二醇的存在,会影响分析结果的准确性,要预先分离除去。聚乙二醇的分离参见 GB/T 5560;其他表面活性剂的分离参见 GB/T 13173。

附录 C

(规范性附录)

阳离子和两性离子表面活性剂的测定——金橙-2 法

C.1 总则

pH=1 缓冲体系适用于两性离子表面活性剂、阳离子表面活性剂及二者混和物;pH=5 缓冲体系适用于阳离子表面活性剂。当试样为阳离子和两性离子表面活性剂混合物时,在 pH=5 时得到阳离子表面活性剂的吸光值,在 pH=1 时得到阳离子和两性离子表面活性剂的总吸光值,二者之差即为两性离子表面活性剂吸光值。

C.2 阳离子表面活性剂的测定

C.2.1 原理

阳离子表面活性剂与金橙-2 在 pH=5 的缓冲条件下形成的络合物用三氯甲烷萃取,然后用分光光度法测定阳离子表面活性剂含量。

C.2.2 适用范围

本方法适用于阳离子表面活性剂。

C.2.3 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 GB/T 6682 规定的三级水。

C.2.3.1 阳离子表面活性剂标准溶液:按 GB/T 5174 测定纯度。称取相当于 100% 的阳离子表面活性剂 1.0 g(准确至 0.001 g),用水溶解,转移并定容至 1 000 mL,混匀,此溶液阳离子表面活性剂质量浓度为 1 g/L。

C.2.3.2 阳离子表面活性剂使用溶液:移取阳离子表面活性剂标准溶液 10.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加水定容,混匀,则该使用溶液表面活性剂质量浓度为 0.01 mg/mL。

C.2.3.3 金橙-2,称取 0.1 g 金橙-2 溶于 100 mL 水中,混匀。

C.2.3.4 乙酸,0.2 mol/L 乙酸溶液。

C.2.3.5 乙酸钠,0.2 mol/L 乙酸钠溶液。

C.2.3.6 缓冲溶液,pH=5,量取 0.2 mol/L 乙酸溶液 59 mL,0.2 mol/L 乙酸钠溶液 141 mL 混匀备用。

C.2.3.7 三氯甲烷。

C.2.4 仪器

常用实验室仪器和分光光度计,波长 360 nm~800 nm。

C.2.5 操作步骤

C.2.5.1 工作曲线的绘制

准确移取质量浓度为 0.01 mg/mL 阳离子表面活性剂使用溶液(C.2.3.2)0 mL(作为空白参比液)、

5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL、30.0 mL、35.0 mL 分别于 250 mL 分液漏斗中,加水使体积达 100 mL,加入 pH=5 缓冲溶液(C.2.3.6)10 mL,金橙-2 溶液(C.2.3.3)3 mL,混匀后加入三氯甲烷 10 mL,振荡 30 s,静置 10 min 后放入 50 mL 容量瓶中(切勿将絮状物随三氯甲烷带出),重复萃取,直至三氯甲烷无色,用三氯甲烷定容,混匀。

用分光光度计于波长 485 nm、10 mm 比色池,以空白参比液做参比,测定试液的净吸光值。以表面活性剂质量(mg)为横坐标,净吸光值为纵坐标,绘制工作曲线或以一元回归方程 $y=a+bx$ 计算。

C.2.5.2 降解试液中表面活性剂含量的测定

准确移取降解液(7.7)10 mL 于 250 mL 分液漏斗中,以下步骤按 C.2.5.1“加水使体积达 100 mL ……用三氯甲烷定容,混匀”程序进行。

以同样程序测定空白试验液(7.3.3)。

用分光光度计于波长 485 nm、10 mm 比色池,以空白试验液做参比,测定试液的净吸光值。由净吸光值与工作曲线或 $y=a+bx$ 计算得到表面活性剂质量浓度,以 mg/L 表示。

C.2.6 结果计算

阳离子表面活性剂的质量浓度 ρ ,按式(C.1)计算:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

ρ ——阳离子表面活性剂质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——从工作曲线或计算得到的试液中阳离子表面活性剂含量,单位为毫克(mg);

V ——取样体积,单位为升(L)。

C.3 两性离子表面活性剂的测定

C.3.1 原理

两性离子表面活性剂与金橙-2 在 pH=1 的缓冲条件下形成的络合物用三氯甲烷萃取,然后用分光光度法测定两性离子表面活性剂含量。

C.3.2 适用范围

本方法适用于两性离子表面活性剂,也适用于阳离子表面活性剂及二者的混合物。

C.3.3 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 GB/T 6682 规定的三级水。

C.3.3.1 两性表面活性剂标准溶液:按 QB/T 2344 测定纯度。准确称取相当于 100% 的两性表面活性剂 1.0 g(准确至 0.001 g),用水溶解,转移并定容至 1 000 mL,混匀。此溶液两性表面活性剂质量浓度为 1 g/L。

C.3.3.2 两性表面活性剂使用溶液:移取两性表面活性剂标准溶液 10.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加水定容,混匀,则该使用溶液表面活性剂质量浓度为 0.01 mg/mL。

C.3.3.3 金橙-2,称取 0.1 g 金橙-2 溶于 100 mL 水中,混匀。

C.3.3.4 盐酸,0.2 mol/L 盐酸溶液。

C.3.3.5 氯化钾,0.2 mol/L 氯化钾溶液。

C.3.3.6 缓冲溶液,pH=1,量取 0.2 mol/L 盐酸溶液(C.3.3.4)97 mL,0.2 mol/L 氯化钾溶液(C.3.3.5)

53 mL,加水 50 mL 摇匀备用。

C.3.3.7 三氯甲烷(GB/T 682)。

C.3.4 仪器

常用实验室仪器和分光光度计,波长 360 nm~800 nm。

C.3.5 操作步骤

C.3.5.1 工作曲线的绘制

准确移取质量浓度为 0.01 mg/mL 两性离子表面活性剂使用溶液(C.3.3.2)0 mL(作为空白参比液)、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL、30.0 mL、35.0 mL 分别于 250 mL 分液漏斗中,加水使体积达 100 mL,加入 pH=1 缓冲溶液(C.3.3.6)10 mL,金橙-2 溶液(C.3.3.3)3 mL,混匀后加入三氯甲烷(C.3.3.7)10 mL,振荡 30 s,静置 10 min 后放入 50 mL 容量瓶中(切勿将絮状物随三氯甲烷带出),重复萃取,直至三氯甲烷层无色,用三氯甲烷定容,混匀。

用分光光度计于波长 485 nm、10 mm 比色池,以空白参比液做参比,测定试液的净吸光值。以表面活性剂质量(mg)为横坐标,净吸光值为纵坐标,绘制工作曲线或以一元回归方程 $y=a+bx$ 计算。

C.3.5.2 降解试液中表面活性剂含量的测定

准确移取降解液(7.7)10 mL 于 250 mL 分液漏斗中,以下步骤按 C.3.5.1“加水使体积达 100 mL ……用三氯甲烷定容,混匀”程序进行。

以同样程序测定空白试验液(7.3.3)。

用分光光度计于波长 485 nm、10 mm 比色池,以空白试验液做参比,测定试液的净吸光值。由净吸光值与工作曲线或 $y=a+bx$ 计算得到表面活性剂质量浓度,以 mg/L 表示。

C.3.6 结果计算

两性离子表面活性剂的质量浓度 ρ ,按式(C.1)计算:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

ρ ——两性离子表面活性剂质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——从工作曲线或计算得到的试液中阳离子表面活性剂含量,单位为毫克(mg);

V ——取样体积,单位为升(L)。

附录 D (规范性附录)

烷基糖苷类表面活性剂的测定——蒽酮法

D.1 原理

烷基糖苷类表面活性剂在酸性体系中水解生成的糖可与蒽酮反应,生成绿色的络合物,以分光光度法测定表面活性剂含量。

D.2 适用范围

本方法适用于烷基糖苷类和糖酯类的表面活性剂。

D.3 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 GB/T 6682 规定的三级水。

D.3.1 烷基糖苷类表面活性剂标准溶液:按 GB/T 19464 测定纯度。称取相当于 100% 的烷基糖苷 1.0 g(准确至 0.001 g),用水溶解,转移并定容至 1 000 mL,混匀。此溶液烷基糖苷类表面活性剂质量浓度为 1 g/L。

D.3.2 烷基糖苷类表面活性剂使用溶液:移取烷基糖苷类表面活性剂标准溶液 5.0 mL 用水稀释至 100 mL,混匀,则该使用溶液表面活性剂质量浓度为 0.05 mg/mL。

D.3.3 糖酯类表面活性剂标准溶液:称取相当于 100% 的糖酯类表面活性剂 1.0 g(准确至 0.001 g),用水溶解,转移并定容至 1 000 mL,混匀。此溶液糖酯类表面活性剂质量浓度为 1 g/L。

D.3.4 糖酯类表面活性剂使用溶液:移取糖酯类表面活性剂标准溶液 5.0 mL 用水稀释至 100 mL,混匀,则该使用溶液表面活性剂质量浓度为 0.05 mg/mL。

D.3.5 蒽酮。

D.3.6 硫酸。

D.3.7 蒽酮硫酸试剂:取 0.08 g 蒽酮溶于 100 mL 硫酸中(此溶液需保存在冰箱内,隔数日应更换)。

D.4 仪器

常用实验室仪器和以下各项。

D.4.1 分光光度计,波长 200 nm~800 nm。

D.4.2 纳氏比色管,10 mL。

D.5 操作步骤

D.5.1 工作曲线的绘制

准确移取质量浓度为 0.05 mg/mL 的表面活性剂(D.3.2 或 D.3.4)使用溶液 0 mL(作为空白参比液)、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 于纳氏比色管(D.4.2)中,加水至 2.0 mL,滴加

5.0 mL 蒽酮硫酸试剂(D.3.7)加盖置沸水浴中加热 5 min 后,取出立即冷却,摇匀,放置 50 min 后用分光光度计于波长 625 nm、10 mm 比色池,以空白参比液做参比,测定试液的净吸光值。以表面活性剂质量[单位为毫克(mg)]为横坐标,净吸光值为纵坐标,绘制工作曲线或以一元回归方程 $y = a + bx$ 计算。

D.5.2 降解试液中表面活性剂含量的测定

准确移取降解液(7.7)2.0 mL 到纳氏比色管(D.4.2)中,以下步骤按 D.5.1 中“滴加 5.0 mL 蒽酮硫酸试剂……摇匀”程序进行。

用同样程序测定空白试验液(7.3.3)。

用分光光度计于波长 625 nm、10 mm 比色池,以空白试验液为参比,测定试液的净吸光值。由净吸光值与工作曲线或 $y = a + bx$ 计算得到表面活性剂质量浓度,以 mg/L 表示。

D.6 结果计算

烷基糖苷类表面活性剂的质量浓度 ρ ,按式(D.1)计算:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

ρ ——烷基糖苷类表面活性剂质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——从工作曲线或计算得到的试液中烷基糖苷类表面活性剂含量,单位为毫克(mg);

V ——取样体积,单位为升(L)。

附录 E (规范性附录)

脂肪酸类表面活性剂的测定——两相滴定法

E.1 原理

脂肪酸盐与酸性混合指示液中的阳离子染料在碱性条件下形成盐,此盐溶解于三氯甲烷中,使三氯甲烷层显红色。用海明 1622 标准溶液滴定,过程中水溶液中所有阴离子活性物与氯化苳苏 镨反应完,氯化苳苏 镨取代阴离子活性物-阳离子染料盐内的阳离子染料(溴化底米 镨),溴化底米 镨转入水层,三氯甲烷层红色褪去。

E.2 适用范围

本方法适用于含脂肪酸的阴离子表面活性剂。

E.3 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 GB/T 6682 规定的三级水。

E.3.1 脂肪酸类表面活性剂标准溶液:称取相当于 100% 的脂肪酸盐 1 g(准确至 0.001 g)用水溶解,若不溶于水可用 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液调制碱性溶解。转移并定容至 1 000 mL,混匀。此溶液脂肪酸盐质量浓度为 1 g/L。

E.3.2 脂肪酸类表面活性剂使用溶液:移取脂肪酸类表面活性剂标准溶液 10.0 mL,于 100 mL 容量瓶中,加水定容,混匀,则该使用溶液脂肪酸盐质量浓度为 0.1 mg/mL。

E.3.3 氯化苳苏 镨(海明 1622)标准溶液 $c=0.000\ 4\ \text{mol/L}$:按 QB/T 2739 配制和标定 0.004 mol/L 海明 1622 标准溶液,准确移取 50.0 mL 上述溶液至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀既得 0.000 4 mol/L 的标准溶液。

E.3.4 酸性混合指示液:按 QB/T 2739 配制。

E.3.5 三氯甲烷。

E.3.6 氢氧化钠:0.5 mol/L 氢氧化钠溶液。

E.4 仪器

常用实验室仪器和 100 mL 具塞量筒。

E.5 操作步骤

E.5.1 工作曲线的绘制

准确移取质量浓度为 0.1 mg/mL 脂肪酸盐使用溶液(E.3.2)0 mL(作为空白参比液)、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL 分别于 100 mL 具塞量筒中,加水使总体积达 25 mL。加入酸性混合指示液(E.3.4)10 mL 和氢氧化钠溶液(E.3.6)5 mL,混匀后加入三氯甲烷(E.3.5)15 mL,塞上塞

子,充分振摇,静置分层,下层呈粉红色。用氯化苄苏 镱(海明 1622)(E.3.3)标准溶液滴定,开始时每次加入约 2 mL 滴定溶液后,充分振摇,静置分层,下层呈粉红色。继续滴定并振摇,当接近滴定终点时,由于振荡而形成的乳状液较易破乳。然后逐滴滴定,充分振摇。当三氯甲烷层的粉红色完全褪去即达到终点。

以表面活性剂质量(mg)为横坐标,消耗海明 1622 标液体积(mL)为纵坐标绘制工作曲线或以一元回归方程 $y=a+bx$ 计算。

E.5.2 降解试液中表面活性剂含量的测定

准确移取适量体积降解试液(7.7)于 100 mL 具塞量筒中,加水使总体积达 25 mL。以下步骤按 E.5.1“加入酸性混合指示液 10 mL……当三氯甲烷层的粉红色完全褪去即达到终点”程序进行。

以同样程序测定空白试验液(7.3.3)。

由消耗海明 1622 标液体积与工作曲线或 $y=a+bx$ 计算得到脂肪酸盐质量浓度,以 mg/L 表示。

E.6 结果计算

脂肪酸盐的质量浓度 ρ ,按式(E.1)计算:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

ρ ——脂肪酸盐的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——从工作曲线或计算得到的试液中脂肪酸盐含量,单位为毫克(mg);

V ——取样体积,单位为升(L)。

附 录 F
(规范性附录)
泡沫体积法

F.1 原理

在规定条件下振荡试液,以生成泡沫体积测定表面活性剂含量。

F.2 适用范围

当表面活性剂不适用附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 等方法测定,但同时又具较丰富泡沫的试样可以使用本方法。

F.3 仪器

常用实验室仪器和 100 mL 具塞量筒。

F.4 操作步骤

在具塞量筒中注入降解试液(7.7)至 50.0 mL,盖好塞子用力上下振荡 50 次(每秒 2 次),静置 30 s 后仔细观察试液和泡沫的总体积,重复试验,取两次测定结果的平均值,同时取空白试验液测定。

F.5 结果计算

表面活性剂的泡沫体积 V ,按式(F.1)计算:

$$V = V_1 - V_0 \quad \dots\dots\dots (F.1)$$

式中:

V ——泡沫的净体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试液和泡沫的总体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验液和泡沫的总体积,单位为毫升(mL)。

附录 G

(规范性附录)

表面张力法

G.1 原理

在规定条件下测试试液的表面张力,绘制表面张力和浓度的标准曲线,以试样的表面张力表征表面活性剂含量。

G.2 适用范围

当被测样品具有有效降低表面张力能力,但又不适用附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 等方法测定的试样可以使用本方法。

G.3 试剂

称取相当于 100% 的待测样品活性物 1 g(准确至 0.001 g)用水溶解,若不溶于水可加热或用 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液调制碱性溶解。转移并定容至 1 000 mL,混匀。此溶液待测样品质量浓度为 1 g/L。移取此溶液 10.0 mL,于 100 mL 容量瓶中,加水定容,混匀,则该使用溶液待测样品质量浓度为 0.1 mg/mL。

G.4 仪器

常用实验室仪器和表面张力仪,精度 0.1 mN/m。

G.5 操作步骤

G.5.1 工作曲线的绘制

测量前先按表面张力仪的要求对测量单元和样品杯进行清洁处理,并以纯水为标准品测量其表面张力是否大于 70 mN/m。

准确移取待测样品质量浓度为 0.1 mg/mL 的溶液 0 mL(作为空白参比液)、1.5 mL、3.0 mL、4.5 mL、6.0 mL、9.0 mL、12.0 mL、15.0 mL、22.5 mL、30.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用基础营养液(7.2.1)定容至 100 mL。将上述溶液按溶度从低到高依次进行测定,每个浓度测量 3 次,取平均值。做质量浓度 ρ 与表面张力 δ 的散点图,用希斯科夫斯基经验公式做非线性拟合。

注:希斯科夫斯基经验公式: $\delta = \delta_0 - \delta_0 \times b \times \ln(1 + \rho/a)$,其中 δ 为表面活性剂溶液表面张力, δ_0 为纯水的表面张力, ρ 为溶液的质量浓度, a 、 b 为待定参数。可以应用相关的计算机软件进行非线性拟合,确定参数 a 、 b 。

G.5.2 测定

取适量降解试液(7.7)于样品杯中(若试液中有不溶物或气泡影响测定,设法除去,取清液测量),测量 3 次表面张力,并取平均值。若降解液表面张力小于 30 mN/m 则适当用基础营养液做溶剂稀释后再测。将测量值带入已知的相关公式,可得到溶液的浓度。同时取空白降解试验液测定。

G.6 结果计算

表面张力法测定的质量浓度 ρ ，按式(G.1)计算：

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (G.1)$$

式中：

- ρ ——表面活性剂质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- m ——从工作曲线或计算得到的试液中表面活性剂含量，单位为毫克(mg)；
- V ——取样体积，单位为升(L)。

订单号：0100210804087309 防伪编号：2021-0804-0243-3022-6095 购买单位：北京中培质联

北京中培质联 专用

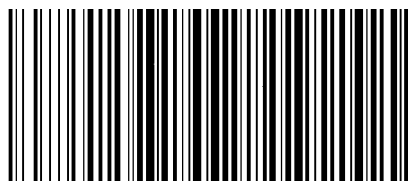
北京中培质联 专用

 版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 15818-2018
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100210804087309
防伪号: 2021-0804-0243-3022-6095
时 间: 2021-08-04
定 价: 32元



GB/T 15818-2018

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
表面活性剂生物降解度试验方法
GB/T 15818—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2018年12月第一版

*

书号: 155066 • 1-61795

版权专有 侵权必究