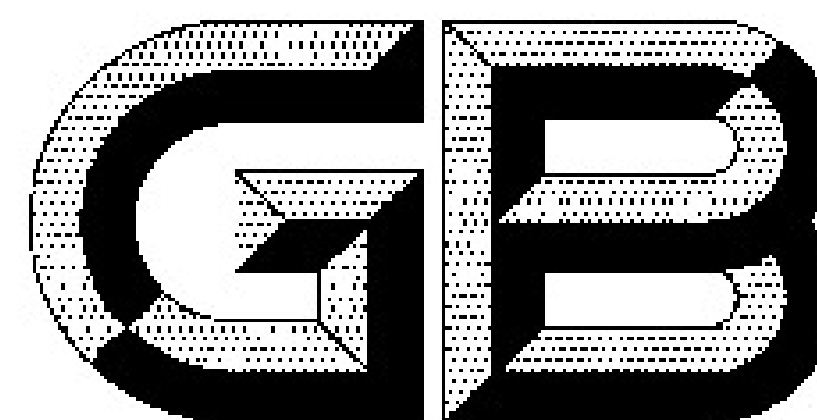




中华人民共和国国家标准

GB/T 15963—2022

代替 GB/T 15963—2008

十二烷基硫酸钠

Sodium lauryl sulfate

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 15963—2008《十二烷基硫酸钠》。与 GB/T 15963—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了产品生产工艺的规定，由“三氧化硫磺化或氯磺酸硫酸化中和”改为“各种工艺”（见第1章，2008年版的第1章）；
- b) 更改了产品分类的表述（见第4章，2008年版的第3章）；
- c) 更改了产品外观、气味的表述（见5.1和5.2，2008年版的4.1）；
- d) 更改了液体产品等级，不再分设等级（见5.3，2008年版的4.2）；
- e) 更改了活性物含量、pH、水分等指标（见5.3，2008年版的4.2）；
- f) 删除了无机盐含量指标，增加硫酸盐含量、氯化物含量指标（见5.3，2008年版的4.2）；
- g) 更改了色泽指标和表达方式、测定方法（见5.3和6.10，2008年版的4.2和5.9）；
- h) 更改了重金属（铅、砷）含量指标、表脚注^b（见5.3，2008年版的4.2）；
- i) 增加了硫酸盐含量的测定方法（滴定法）（见6.6.1）；
- j) 更改了氯化物含量的测定方法（见6.7，2008年版的5.7）；
- k) 删除了仲裁规则（见2008年版的6.4）；
- l) 更改了重金属（铅、砷）含量的测定方法（见6.12和6.13，2008年版的5.10、5.11）；
- m) 更改了液态产品罐（车、船）包装、运输的规定（见8.2和8.3，2008年版的7.2和7.3）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：中轻化工绍兴有限公司、中国日用化学研究院有限公司、赞宇科技集团股份有限公司、湖南丽臣实业股份有限公司、福建省梦娇兰日用化学品有限公司、江苏优扬药业有限公司、广东欧派斯润滑科技有限公司、浙江新海天生物科技有限公司、中轻日用化学检验认证有限公司。

本文件主要起草人：沈宏、李晓睿、詹建伟、李忠红、段玉臣、陈小沉、汪家众、范承东、梁伟英、李晓辉、郑攀东、祝红元、许祖国。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1995年首次发布为 GB/T 15963—1995，2008年第一次修订；

——本次为第二次修订。

十二烷基硫酸钠

1 范围

本文件规定了十二烷基硫酸钠的产品结构和分类、要求、试验方法、检验规则，以及标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于以月桂醇为主要组分的脂肪醇，以各种工艺制得的十二烷基硫酸钠，包括固体产品和液体产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位铂-钴色号）
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 6366 表面活性剂 无机硫酸盐含量的测定 滴定法
GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 13173—2021 表面活性剂 洗涤剂试验方法
GB/T 38729—2020 表面活性剂 工业伯烷基硫酸钠试验方法
QB/T 2739—2005 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

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品结构和分类

十二烷基硫酸钠产品按形态分为粉状、针（粒）状等固体产品和液体产品两大类。

结构式： $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{OSO}_3\text{Na}$ （以 $n=11$ 为主组分）

烷基的碳链分布由供需双方约定。

5 要求

5.1 外观

液态产品：25℃时，无色或浅黄色液体，不分层，无悬浮物或沉淀。

固体产品：25℃时，白色或微黄色粉状、针（粒）状等不同形状的固体，均匀无杂质。

5.2 气味

无异常气味。

5.3 理化指标

产品的理化指标应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标

项目		指标				
		粉状产品		针(粒)状产品		液体产品
		优级品	合格品	优级品	合格品	—
活性物含量 ^a /%	≥	94.0	90.0	92.0	88.0	指标值±1.0
石油醚可溶物/%	≤	1.0	1.5	1.0	1.5	1.5
硫酸盐含量(以 Na ₂ SO ₄ 计)/%	≤	2.0	5.0	2.0	5.0	1.0
氯化物含量(以 NaCl 计)/%	≤	0.5				0.3
pH(25 ℃,1.5%活性物水溶液)		7.5~12.5				
白度(W _G)	≥	80	75	—		
色泽(5%活性物水溶液)/Hazen	≤	—		25		20
水分/%	≤	3.0	5.0	5.0		—
铅(Pb)含量 ^b /(mg/kg)	≤	10				
砷(As)含量 ^b /(mg/kg)	≤	1				
^a 应标注产品的平均相对分子质量数据。 ^b 用于化妆品原料时的控制指标。						

6 试验方法

6.1 通则

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 三级或以上的水。

6.2 试样的制备

按 GB/T 13173 的规定分样和保存。

6.3 外观、气味

感官测定。

6.4 活性物含量

6.4.1 方法一(仲裁法):直接两相滴定法

按 GB/T 5173 的规定进行。

6.4.2 方法二：减量法

按 GB/T 13173 中总活性物含量的测定(A 法)进行,得到总活性物含量 w_1 。

活性物含量 w_a 以质量分数表示,按式(1)计算:

$$w_a = w_1 - w_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_a ——活性物含量,%;
- w_1 ——总活性物含量,%;
- w_2 ——石油醚可溶物含量,%。

结果以算术平均值表示至小数点后一位。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 1%,以大于 1%的情况不超过 5%为前提。

6.5 石油醚可溶物

按 GB/T 38729—2020 附录 A 的规定进行。

十二烷基硫酸钠中石油醚可溶物包括未硫酸化的脂肪醇和不可硫酸化物以及在水溶液中不离解的含硫化合物。

6.6 硫酸盐含量

6.6.1 方法一：滴定法

按 GB/T 6366 的规定进行。

本方法不适用于含有在试验条件下会生成微溶铅盐的其他化合物,如磷酸盐或者多量氯化物的产品,也不适用于会妨碍调节 pH 的含有多量弱酸盐(例如:肥皂或丁二酸单酯磺酸盐)的产品。

6.6.2 方法二(仲裁法):重量法

6.6.2.1 原理

用钡离子(Ba^{2+})沉淀硫酸根离子(SO_4^{2-})生成硫酸钡($BaSO_4$),由硫酸钡的质量计算出试样中硫酸钠的含量。

6.6.2.2 试剂

所用试剂如下:

- a) 95%乙醇;
- b) 无水乙醇;
- c) 盐酸,1:1 溶液;
- d) 氯化钡,10%溶液;
- e) 硝酸银,0.1 mol/L 溶液。

6.6.2.3 仪器

所用仪器如下:

- a) 玻璃滤坩,P30,孔径 16 $\mu m \sim 30 \mu m$,30 mL;
- b) 吸滤瓶,500 mL;
- c) 烧杯,400 mL 高型;

- d) 定量滤纸,慢速;
- e) 高温炉,能控温于 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$;
- f) 瓷坩埚,30 mL。

6.6.2.4 试验程序

称取 1 g 试样(称准至 0.001 g)于 400 mL 高型烧杯中,对于固体产品需加入少量水湿润,然后加入 100 mL 无水乙醇[6.6.2.2b)],搅匀,用玻璃皿盖好,置水浴上在低于乙醇沸点的温度下消化 1 h,趁热用玻璃滤坩[6.6.2.3a)]过滤,并用 100 mL 热乙醇[6.6.2.2a)]洗涤滤坩。然后用已加热煮沸的 100 mL 水和 20 mL 盐酸[6.6.2.2c)]的混合液分次溶解乙醇不溶物并洗涤烧杯和滤坩,用洁净的吸滤瓶逐次吸滤溶液和洗液,并转移至 400 mL 烧杯中,加热煮沸,缓缓加入 15 mL 氯化钡溶液[6.6.2.2d)],并保持微沸 30 min。用定量滤纸过滤,并用热的蒸馏水洗至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将滤纸及沉淀物一起放在已恒重的瓷坩埚中,缓慢加热干燥炭化,然后以半盖状移入 900°C 高温炉内灼烧 30 min 至残渣完全为白色。将坩埚取出、盖上盖,稍降温后移入干燥器内冷却 30 min 至室温,称量,称准至 0.001 g。

6.6.2.5 结果计算

硫酸钠含量 $w_{\text{Na}_2\text{SO}_4}$ 以质量分数表示,按式(2)计算:

$$w_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.608\ 6}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $w_{\text{Na}_2\text{SO}_4}$ ——硫酸钠含量;
- m_1 ——坩埚加硫酸钡灼烧后的质量,单位为克(g);
- m_2 ——空坩埚灼烧后的质量,单位为克(g);
- m_0 ——试样的质量,单位为克(g);
- 0.608 6 ——硫酸钡换算成硫酸钠的系数。

结果以算术平均值表示至小数点后一位。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%,以大于 0.2%的情况不超过 5%为前提。

6.7 氯化物含量

6.7.1 原理

试样的水溶液用硝酸或氢氧化钠溶液调节至中性,用银量法(莫尔法)测定氯化物含量,以氯化钠计算。

6.7.2 试剂

所用试剂如下:

- a) 硝酸银, $c(\text{AgNO}_3) = 0.1\ \text{mol/L}$ 标准滴定溶液,按 QB/T 2739—2005 中 4.5 的规定配制和标定;
- b) 铬酸钾,50 g/L 溶液;
- c) 硝酸, $c(\text{HNO}_3) \approx 0.1\ \text{mol/L}$ 溶液;
- d) 氢氧化钠, $c(\text{NaOH}) \approx 0.1\ \text{mol/L}$ 溶液;
- e) 酚酞,10 g/L。

6.7.3 仪器

- 所用仪器如下：
- a) 锥形瓶，容量 250 mL；
 - b) 棕色具塞滴定管，50 mL。

6.7.4 试验程序

称取 5 g 试样(称准至 0.001 g)于锥形瓶[6.7.3a)]中，加入 50 mL 水溶解，加入 2 滴酚酞指示液[6.7.2e)]，如显红色，即用硝酸溶液[6.7.2c)]中和至红色消失。如果不显红色，则用氢氧化钠溶液[6.7.2d)]中和至微红色，再用硝酸溶液[6.7.2c)]中和至无色。然后加入 1 mL 铬酸钾溶液[6.7.2b)]，用硝酸银标准滴定溶液[6.7.2a)]滴定至溶液由黄色变为橙色为终点。记下所用硝酸银溶液的体积(V)。

6.7.5 结果计算

氯化钠含量 w_{NaCl} 以质量分数表示，按式(3)计算：

$$w_{\text{NaCl}} = \frac{0.058\ 5cV}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

- 式中：
- w_{NaCl} ——氯化钠含量；
 - c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
 - V ——滴定耗用的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
 - m_0 ——试样的质量，单位为克(g)；
 - 0.058 5 ——氯化钠的毫摩尔相对分子质量，单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

结果以算术平均值表示至小数点后一位。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.03%，以大于 0.03%的情况不超过 5%为前提。

6.8 pH

配制 1.5%活性物水溶液，按 GB/T 6368 的规定，在电磁搅拌缓和搅拌下，保持 25℃，测定 pH。

6.9 白度(W_G)

按 GB/T 13173—2021 中第 14 章的规定进行。

6.10 色泽

6.10.1 方法一(仲裁法)

配制 5%活性物水溶液，按 GB/T 3143 的规定测定。

6.10.2 方法二：直接仪器法

6.10.2.1 仪器

色度仪，能够直接测量液体样品的 Hazen 色泽，最小示值不大于 1。

6.10.2.2 测试方法

配制 5%活性物水溶液，按仪器说明书的规定操作和测定。

6.11 水分

按 GB/T 13173 的规定测定。

6.12 铅含量

参照《化妆品安全技术规范(2015 年版)》进行测定。

6.13 砷含量

参照《化妆品安全技术规范(2015 年版)》进行测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 型式检验

型式检验包括第 5 章规定的全部要求。有如下情况时应进行型式检验；

- a) 正常生产时,应每三个月进行型式检验；
- b) 生产工艺、生产设备、原材料以及生产管理要素(包括人员素质)有较大变化可能影响产品质量和性能时；
- c) 长期停产后再恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次的型式检验有较大差异时；
- e) 质量监督机构、使用单位提出型式检验要求时。

7.1.2 出厂检验

出厂检验包括第 5 章要求的除铅和砷以外的全部项目。

7.2 产品组批与抽样规则

7.2.1 组批

产品按批交付及抽样验收,一次交付的同一规格类型、同一批号的产品为一交付批。

生产单位交付的产品,应先经其质量检验部门按本文件检验,符合本文件要求并出具产品质量检验合格证书,方可出厂。

产品质量检验合格证书应包括:产品名称、类型、采用标准编号、批号、批量、质量指标(包括平均相对分子质量)、生产日期、生产单位名称等。

收货方凭产品质量检验合格证书验收,必要时可按 7.2.2 和 7.3 的规定在一个月內抽样验收或仲裁。

7.2.2 取样

收货方验收、仲裁检验所需的样品,应根据批量大小按表 2 确定样本大小,交收双方会同在交货地点从交付批中随机抽取样本单位。

表 2 批量和样本大小

单位为桶或袋

批量	1	2~15	16~50	51~150	151~500	≥501
样本大小	1	2	3	5	8	13

液态产品取样时,先用洁净干燥的棒将样本桶内物料尽量搅匀,如有凝聚物,需将样本桶加热融化后搅匀,用洁净的长玻璃管或其他取样器插至样本桶中部,从各样本桶中等量取样。固态产品取样时,用取样勺在样本袋中心四分之一处进行等量取样。取样量约 200 g,分成两份。一份用于检测,另一份封存。

7.3 判定规则

采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。若有一项(含)以上指标不符合本文件的规定,应从交付批中重新取两倍样本抽取样品,对不合格项进行复检。如复检结果符合本文件规定,则判该批产品合格;如仍不符合,则判该批产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

产品的包装容器外应用一定方式进行标志,图案及文字应清晰端正,并标明:

- a) 产品名称、商标、规格等级及执行的标准编号;
- b) 生产日期或生产批号;
- c) 净含量、毛重;
- d) 生产单位名称、地址(含省、市、县)、邮政编码;
- e) 有防水、防潮、小心轻放等文字或标记;
- f) 在本文件规定的运输和储存条件下,在包装完整未经启封的情况下,从生产之日起可保质两年及两年以上的产品,可不标注保质期,只能在两年内符合本文件的产品应标注保质期。

8.2 包装

液态产品用塑料桶等不影响产品质量的容器包装;也可使用清洁的、不影响产品质量的罐(车、船)包装。

固态产品用内衬塑料薄膜的复合塑袋等不影响产品质量的包装物包装。

产品装入容器应根据气温变化留有空隙,灌装后应封口良好,防止渗水、产品泄漏。包装的净含量应符合标称质量。

8.3 运输

液态桶装产品在运输时应竖放,盖口朝上。液态和固态产品均应加有遮盖物,防雨、防晒、防潮,轻装轻卸,避免包装损坏。

罐(车、船)在运输时,罐体应带防护,带有保温或夹套,避免高温暴晒、低温凝固。

8.4 贮存

产品应贮存于干燥、通风良好,且不受阳光直射、雨淋的场所。

液体产品应避免贮存温度过低出现较难恢复的沉淀物。

参 考 文 献

- [1] 化妆品安全技术规范(2015 年版)
-