



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12028—2006

代替 GB/T 12028—1989、GB/T 12029.1~12029.6—1989

---

## 洗涤剂用羧甲基纤维素钠

Sodium carboxymethylcellulose for detergents

2006-03-10 发布

2006-10-01 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



## 目 次

前言 .....	I
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 要求 .....	1
4 试验方法 .....	2
5 检验规则 .....	2
6 标志、包装、运输、贮存 .....	3
附录 A (规范性附录) 羧甲基纤维素钠的水分及挥发物测定 .....	4
附录 B (规范性附录) 羧甲基纤维素钠的粘度测定 .....	5
附录 C (规范性附录) 羧甲基纤维素钠的 pH 测定 .....	6
附录 D (规范性附录) 羧甲基纤维素钠的醚化度测定 .....	8
附录 E (规范性附录) 羧甲基纤维素钠的纯度测定 .....	10
附录 F (规范性附录) 羧甲基纤维素钠中无机盐的测定 .....	12
附录 G (规范性附录) 羧甲基纤维素钠的筛分试验 .....	15

## 前 言

本标准是对 GB/T 12028—1989《洗涤剂用羧甲基纤维素钠》、GB/T 12029.1~12029.6—1989《洗涤剂用羧甲基纤维素钠试验方法》的修订。本标准与原标准相比增加了对无机盐含量的限定及相应的测定方法。

本标准代替的国家标准分别为：

- GB/T 12028—1989 洗涤剂用羧甲基纤维素钠
- GB/T 12029.1—1989 洗涤剂用羧甲基纤维素钠 水分及挥发物的测定；
- GB/T 12029.2—1989 洗涤剂用羧甲基纤维素钠 粘度的测定；
- GB/T 12029.3—1989 洗涤剂用羧甲基纤维素钠 pH 值的测定(电位法)；
- GB/T 12029.4—1989 洗涤剂用羧甲基纤维素钠 醚化度的测定；
- GB/T 12029.5—1989 洗涤剂用羧甲基纤维素钠 纯度的测定；
- GB/T 12029.6—1989 洗涤剂用羧甲基纤维素钠的筛分试验。

本标准中水分及挥发物、粘度、醚化度、纯度等 4 项指标的试验方法等效采用 ASTM D1439-83a《羧甲基纤维素钠标准试验方法》中相关的测定方法，并增加了精密度的表述。

在羧甲基纤维素钠的筛分试验中，取消了 GB/T 12029.6—1989 规定的试验筛筛孔大小，代之以“按待测产品标准的要求选取一套规定孔径的筛子”的陈述，使测定方法可以针对不同的产品要求进行。

pH 指标，取消了 GB/T 12029.3—1989 要求在特定温度(25℃)下测定 pH 的规定，给出了 15℃~30℃下标准缓冲溶液的 pH 变化情况，使 pH 的测定可以在此范围内选定任何温度下进行。

本标准中对羧甲基纤维素钠中存在的某些无机盐含量的测定为增加的试验项目。这些无机盐中有些是产品制造中不可避免的，有些是人为加入的，所有无机盐的存在将造成羧甲基纤维素钠产品纯度测定的不准确，因此有必要对其进行测定。本标准中所规定有关无机盐测试方法参考已有的标准或文献方法，分别为：硫酸盐的测定方法按 GB/T 15817—1995《洗涤剂中无机硫酸盐含量的测定 重量法》进行；碳酸盐的测定方法参照 QB/T 2115—1995《洗涤剂中碳酸盐含量的测定》；硅酸盐的测定方法来自《日本化妆品原料标准》；磷酸盐的测定方法按 GB/T 13171—2004《洗衣粉》中关于洗衣粉中总五氧化二磷含量的测定(比色法)的附录进行。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G 均为规范性附录。

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、上海白猫有限公司。

本标准主要起草人：姚晨之、吴晓雷、李晓辉、严方、梁红艳、耿譔。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 12028—1989、GB/T 12029.1—1989、GB/T 12029.2—1989、GB/T 12029.3—1989、GB/T 12029.4—1989、GB/T 12029.5—1989、GB/T 12029.6—1989。

## 洗涤剂用羧甲基纤维素钠

### 1 范围

本标准规定了洗涤剂用羧甲基纤维素钠(CMC)的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以纤维素为原料,经氢氧化钠碱化和一氯乙酸钠醚化生产的羧甲基纤维素钠。该产品在洗涤剂配方中用作抗污垢再沉积剂。

### 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。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 13171—2004 洗衣粉

GB/T 13173.1 洗涤剂样品分样方法(GB/T 13173.1—1991,eqv ISO 607:1980)

GB/T 15817—1995 洗涤剂中无机硫酸盐含量的测定 重量法(eqv ISO 8214:1985)

### 3 要求

#### 3.1 外观

白色至微黄色纤维状粉末或颗粒。

#### 3.2 纯度检验

在 0.5 g 样品中,加水 50 mL 溶解,此溶液为试液。取此试液 5 mL,滴加碘试液 1 滴,溶液不应变蓝。

#### 3.3 理化指标

产品的理化指标应符合表 1 的要求。用于干拌法生产洗衣粉的羧甲基纤维素钠产品还应满足:通过 0.45 mm 筛的筛分率不低于 95%,并能全部通过 0.80 mm 筛。

表 1 洗涤剂用羧甲基纤维素钠的理化指标

项 目	指 标 值
水分及挥发物/(%)	≤ 10
粘度(1%水溶液,25℃)/mPa·s	5~40
pH(1%水溶液,25℃)	8.0~11.5
醚化度	0.50~0.70
有效成分(以干基计)/(%)	≥ 55
多种无机盐含量之和 <sup>a</sup> /(%)	≤ 5
<sup>a</sup> 多种无机盐含量之和:指除氯化物之外的无机盐,包括碳酸盐(以 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 计)、硅酸盐(以 SiO <sub>2</sub> 计)、硫酸盐(以 Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 计)、磷酸盐(以 Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> 计)等的含量之和。	

4 试验方法

- 4.1 水分及挥发物  
按附录 A 测定。
- 4.2 粘度  
按附录 B 测定。
- 4.3 pH  
按附录 C 测定。
- 4.4 醚化度  
按附录 D 测定。
- 4.5 有效成分  
按附录 E 测定。
- 4.6 多种无机盐含量  
按附录 F 测定。
- 4.7 筛分试验  
按附录 G 测定。

5 检验规则

5.1 检验分类

5.1.1 型式检验

型式检验项目包括第 3 章规定的全部项目。在下列情况下应进行型式检验：

- a) 正式生产时,原料、工艺、设备、管理等方面(包括人员素质的变化)有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 正常生产时,应定期进行型式检验,一般情况每月一次;
- c) 长期停产后恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家行业管理部门和质量监督机构提出进行型式检验时。

5.1.2 出厂检验

出厂检验项目包括水分及挥发物、粘度、pH、醚化度和有效成分(以干基计)。

5.2 产品组批与抽样规则

5.2.1 产品按批交付及抽样验收,一次交付的同一规格、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标准检验,符合本标准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:生产厂商名称、产品名称、商标、采用标准编号、批号、批量、质量指标、生产日期等。

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

5.2.2 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袋样本。

表 2 批量和样本大小

单位为袋

批 量	2~15	16~25	26~90	91~150	151~500	501~1 200	>1 200
样本大小	2	3	5	8	13	20	32

采样时用采样器自包装袋中心插入四分之一处采集样品,每个样本袋中采样量应相近,样品应迅速

置于具塞样品瓶中,并加塞,采样总量不小于 3 kg。

将采取的样品按四分法混匀并缩分至 1.5 kg,分装于三个清洁、干燥的容器中,签封。标签上应注明产品名称、产品批号及数量、生产单位、样品编号、采样日期、采样人。交收双方各持一份进行检验,第三份由交货方保管,备仲裁检验用,保管期为三个月。

### 5.3 判定规则

检验结果按修约值比较法判定合格与否。如理化指标有一项不合格,可重新取两倍袋样本采取样品对不合格项进行复检,复检结果仍不合格,则判该批产品不合格。

交收双方因检验结果不同,如不能取得协议时,可商请仲裁检验,仲裁结果为最后依据。

## 6 标志、包装、运输、贮存

### 6.1 标志

#### 6.1.1 包装物应有下列标志:

- a) 产品名称、商标、采用标准编号;
- b) 生产日期或产品批号;
- c) 净含量;
- d) 有防水防潮等文字或标志;
- e) 生产企业名称、地址和联系电话等。

#### 6.1.2 包装物上印刷的标志(图案及文字)应清晰美观,无脱色。

### 6.2 包装

用内衬塑料薄膜的编织袋包装,包装净含量应符合标称质量。

### 6.3 运输

运输过程中应防止日晒、雨淋、受潮,轻装轻卸,避免包装袋破损。

### 6.4 贮存

产品应贮存在干燥、洁净的库房内,如需在露天存放时,应采取必要的防潮措施,垛高以不超过支撑物的最大载荷为限,并加遮盖物以防晒、防雨、防潮、防止包装破损。

产品在上述贮运条件且未启封的情况下,自生产之日起保质期至少一年。

附 录 A

(规范性附录)

羧甲基纤维素钠的水分及挥发物测定

A.1 原理

将试样置于一定温度下干燥,根据其失去的重量与原重量之比计算样品中水分及挥发物的含量。

A.2 仪器

常用实验室仪器和

A.2.1 干燥箱,能控制温度于  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.2 称量瓶,  $\phi 60 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ 。

A.3 程序

称取试样约 4 g(精确至 0.001 g),于已恒重的称量瓶(A.2.2)中。将此称量瓶放入  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  干燥箱(A.2.1)中干燥 4 h 后取出,加盖置于玻璃干燥器内冷却 30 min 后称量。

A.4 结果计算

样品的水分及挥发物含量以质量分数  $w_0$  计,数值以 % 表示,按公式(A.1)计算:

$$w_0 = \frac{B}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

$B$ ——试验份干燥后的失重,单位为克(g);

$m_0$ ——试验份的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值修约至个位作为测定结果。

A.5 精密度

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 0.4%,以大于 0.4% 的情况不超过 5% 为前提。

## 附 录 B (规范性附录)

### 羧甲基纤维素钠的粘度测定

#### B.1 原理

用规定的旋转粘度计测定羧甲基纤维素钠溶液的粘度。溶液的粘度与旋转粘度计的转筒在溶液中旋转产生的剪切应力和施加的剪切速率成函数关系。

#### B.2 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相当纯度的水。

#### B.3 仪器

常用实验室仪器和

B.3.1 旋转粘度计,具有测定范围为  $5 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 50 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ,剪切速率为  $850 \text{ s}^{-1}$ 的转筒。

注:NDJ-79型、依米拉型可满足要求。

B.3.2 超级恒温水浴,能保持温度于  $25^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ 。

B.3.3 容量瓶,100 mL。

B.3.4 烧杯,100 mL。

#### B.4 程序

##### B.4.1 试液的配制

称取试样约 1 g(精确至 0.001 g)(以干基计)于烧杯(B.3.4)中,加水并强烈搅拌使成为可流动的溶液,转移至 100 mL 容量瓶(B.3.3)中。每次用少量水冲洗烧杯(B.3.4)及玻璃棒数次,冲洗液并入容量瓶中,激烈摇动 15 min。

##### B.4.2 测定

将试液(B.4.1)置于  $25^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴(B.3.2)中,保持 20 min,取出用水稀释至刻度,激烈摇动 1 min,再置于恒温水浴中恒温 10 min,取出摇动均匀。选用测定范围为  $5 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 50 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 的转筒(B.3.1),用少量试液润湿冲洗转筒和测定容器后,按粘度计使用说明书测定试液粘度。转筒旋转至指针稳定 30 s 后开始读数,以后每隔 10 s 读数一次,直至得到连续五次不变的读数。

#### B.5 结果计算

样品溶液的粘度( $\text{mPa} \cdot \text{s}$ )按式(B.1)计算:

$$\text{粘度} = \text{读数} \times \text{转筒因子} \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

以两次平行测定结果的算术平均值修约至个位作为测定结果。

#### B.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的差值不大于平均值的 5%,以大于 5%的情况不超过 5%为前提。



**附录 C**  
(规范性附录)  
**羧甲基纤维素钠的 pH 测定**

**C.1 原理**

用 pH 计测定洗涤剂用羧甲基纤维素钠水溶液的 pH 值。

**C.2 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新煮沸并冷却到室温的蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

**C.2.1 四硼酸钠(GB 6856)基准试剂的缓冲溶液**

溶解十水合四硼酸钠( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) $3.81 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 于水中,定量转移至 1 000 mL 单刻度容量瓶中,稀释至刻度并混匀。

将此溶液贮于无二氧化碳的密闭塑料瓶中,一个月至少更换一次。此溶液在不同温度下的 pH 值如表 C.1 所示。

表 C.1 0.01 mol/L 四硼酸钠缓冲溶液在不同温度下的 pH 值

温度/℃	pH
15	9.26
20	9.22
25	9.18
30	9.14

注:温度每升高 1℃,pH 变化-0.008pH 单位。

**C.2.2 磷酸二氢钾和磷酸氢二钠(GB/T 1274 和 GB/T 1263)缓冲溶液**

溶解磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) $3.40 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 和磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) $3.55 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 于水中,定量转移至 1 000 mL 单刻度容量瓶中,稀释至刻度并混匀。磷酸二氢钾和磷酸氢二钠需预先在  $120^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$  干燥 2 h。

将此溶液贮于无二氧化碳的密闭塑料瓶中,一个月至少更换一次。该溶液在不同温度时的 pH 值如表 C.2 所示。

表 C.2 磷酸二氢钾和磷酸氢二钠缓冲溶液在不同温度下的 pH 值

温度/℃	pH
15	6.90
20	6.88
25	6.86
30	6.85

注:温度每升高 1℃,pH 变化-0.004pH 单位。

**C.3 仪器**

常用实验室仪器和 pH 计(或酸度计)。pH 计(或酸度计)灵敏度 0.05pH 单位,配有玻璃测量电极

和甘汞参比电极,如 231 型玻璃电极和 232 型甘汞电极。

#### C.4 程序

##### C.4.1 试验份

称取试样 1.00 g(精确至 0.001 g)于 100 mL 烧杯中。

##### C.4.2 试验溶液的配制

放 50 mL 水至盛有试样的烧杯中,在玻璃棒搅拌下,小心地溶解试验份(C.4.1)。

将此溶液定量转移到 100 mL 单刻度容量瓶中,稀释至刻度并混匀。

注:试验溶液临用前现配。

##### C.4.3 测定

将容量瓶中的内容物(C.4.2)适量转移至 50 mL 的干烧杯中,用预先经缓冲溶液(C.2.1)和(C.2.2)校准过的 pH 计(C.3)测量其 pH。

pH 计的校准和试验溶液 pH 的测定应在相同温度下进行。

#### C.5 结果表示

用 pH 单位表示测量结果,以两次平行测定结果的算术平均值修约至小数点后一位作为测定结果,并标明测量温度。如两次测定结果之差超过 0.1pH 单位,则需进行第三次测定。

#### C.6 精密度

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 0.1 pH 单位,以大于 0.1 pH 单位的情况不超过 5%为前提。

附录 D  
(规范性附录)

羧甲基纤维素钠的醚化度测定

D.1 原理

将水溶性羧甲基纤维素钠酸化,变为不溶性的酸式羧甲基纤维素,纯化后,用准确计量的过量氢氧化钠将已知量的酸式羧甲基纤维素重新转变成钠盐,再用盐酸标准溶液滴定过量的碱。

D.2 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相当纯度的水。

D.2.1 95%乙醇(GB/T 679)。

D.2.2 乙醇,80%溶液,将95%乙醇(D.2.1)840 mL用水稀释至1 L。

D.2.3 无水甲醇(GB/T 683)。

D.2.4 硝酸(GB/T 626)。

D.2.5 盐酸(GB/T 622), $c(\text{HCl})=0.4\text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,参照GB/T 601配制和标定。

D.2.6 氢氧化钠(GB/T 629), $c(\text{NaOH})=0.4\text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,参照GB/T 601配制和标定。

D.2.7 硫酸(GB/T 625),(9+2)溶液。

D.2.8 二苯胺(GB/T 681)试剂:将二苯胺0.5 g溶于120 mL硫酸(D.2.7),此试剂应为无色,遇微量硝酸盐和其他氧化剂时呈深蓝色。

D.2.9 酚酞(GB/T 10729),1%乙醇(95%)溶液,按GB/T 603配制。

D.3 仪器

常用实验室仪器和

D.3.1 磁力加热搅拌器。

D.3.2 烧杯,250 mL。

D.3.3 锥形瓶,500 mL。

D.3.4 玻璃过滤漏斗,40 mL,孔径 $4.5\ \mu\text{m}\sim 9\ \mu\text{m}$ 。

D.3.5 烘箱,能控制温度于 $105\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

D.4 程序

D.4.1 称取样品约4 g于烧杯(D.3.2)中,加入95%乙醇(D.2.1)75 mL,用磁力加热搅拌器(D.3.1)充分搅拌至获得良好的浆状物。在搅拌下加入硝酸(D.2.4)5 mL,并继续搅拌1 min~2 min,加热煮沸浆状物5 min后停止加热,继续搅拌10 min~15 min。

注:加热时小心着火。

D.4.2 将上层清液倾入过滤漏斗(D.3.4),用95%乙醇(D.2.1)100 mL~150 mL转移沉淀至过滤漏斗,然后用60℃的80%乙醇(D.2.2)洗涤沉淀至全部酸被除去。

D.4.3 从过滤漏斗滴几滴滤液于白色点滴板上,加几滴二苯胺试剂(D.2.8),如呈现蓝色,则表示有硝酸盐存在,需进一步洗涤,一般6~8次即可。

D.4.4 最后用少量无水甲醇(D.2.3)洗涤沉淀,继续抽滤至甲醇完全除去。将烘箱(D.3.5)加热至 $105\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 后,关闭电源,将过滤漏斗放入烘箱,15 min后打开烘箱门,排出甲醇蒸气,再关闭烘箱门,接通电源,于 $105\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥3h后,在干燥器中冷却30 min。

D.4.5 称取干燥的酸式羧甲基纤维素(D.4.4)约 1.4 g(精确至 0.001 g),置于 500 mL 锥形瓶(D.3.3)中,加入 100 mL 水和氢氧化钠标准滴定溶液(D.2.6)25.00 mL,边搅拌边加热,保持溶液沸腾 15 min~30 min。

D.4.6 趁热以酚酞(D.2.9)为指示剂,用盐酸标准滴定溶液(D.2.5)滴定过量的氢氧化钠,至粉红色刚消失即为终点。

#### D.5 结果计算

羧甲基纤维素钠的醚化度  $E$  按式(D.1)和式(D.2)计算:

$$N = \frac{V_1 c_1 - V_2 c_2}{m_1} \quad \dots\dots\dots(D.1)$$

$$E = \frac{0.162 N}{1 - 0.058 N} \quad \dots\dots\dots(D.2)$$

式中:

$N$ ——中和 1 g 酸式羧甲基纤维素所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的毫摩尔数,单位为毫摩尔每克(mmol/g);

$V_1$ ——加入氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_2$ ——滴定过量氢氧化钠所用盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c_2$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$m_1$ ——用于测定的酸式羧甲基纤维素的质量,单位为克(g);

$E$ ——羧甲基纤维素钠的醚化度;

0.162——纤维素的失水葡萄糖单元的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

0.058——失水葡萄糖单元中的一个羟基被羧甲基取代后,失水葡萄糖单元毫摩尔质量的净增值,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

以两次平行测定结果的算术平均值修约至小数点后两位作为测定结果。

#### D.6 精密度

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 0.02 醚化度单位,以大于 0.02 醚化度单位的情况不超过 5%为前提。

## 附录 E

### (规范性附录)

#### 羧甲基纤维素钠的纯度测定

##### E.1 原理

羧甲基纤维素钠不溶于 80% 乙醇,经溶解并多次洗涤,分离除去样品中 80% 乙醇溶解物,得到纯净的羧甲基纤维素钠。

##### E.2 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相当纯度的水。

E.2.1 95% 乙醇(GB/T 679)。

E.2.2 乙醇,80% 溶液,将 95% 乙醇(E.2.1)840 mL 用水稀释至 1 L。

E.2.3 乙醚(GB/T 12591)。

##### E.3 仪器

常用实验室仪器和

E.3.1 磁力加热搅拌器,搅拌棒长约 3.5 cm。

E.3.2 过滤坩埚,40 mL,孔径 4.5  $\mu\text{m}$ ~9  $\mu\text{m}$ 。

E.3.3 玻璃表面皿, $\phi$  10 cm,中心有孔。

E.3.4 烧杯,400 mL。

E.3.5 恒温水浴。

E.3.6 烘箱,能控制温度于  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

##### E.4 程序

准确称取样品 3 g(精确至 0.001 g)于已恒重的烧杯(E.3.4)中,加入  $60^{\circ}\text{C}$ ~ $65^{\circ}\text{C}$  的 80% 乙醇(E.2.2)150 mL,放入磁棒,置于磁力加热搅拌器(E.3.1)上,盖上表面皿(E.3.3),在中心孔插吊温度计,开启加热搅拌器,调节搅拌速度避免飞溅,维持温度于  $60^{\circ}\text{C}$ ~ $65^{\circ}\text{C}$ ,搅拌 10 min。

停止搅拌,将烧杯置于  $60^{\circ}\text{C}$ ~ $65^{\circ}\text{C}$  的恒温水浴(E.3.5)中,静置使不溶物沉降,将上层清液尽可能地倾入已恒重的过滤坩埚(E.3.2)中。

加  $60^{\circ}\text{C}$ ~ $65^{\circ}\text{C}$  的 80% 乙醇(E.2.2)150 mL 至烧杯中,重复上述搅拌、过滤操作,然后借助于洗瓶用  $60^{\circ}\text{C}$ ~ $65^{\circ}\text{C}$  的 80% 乙醇约 250 mL 仔细冲洗烧杯、表面皿、搅拌棒及温度计,使不溶物完全转移至坩埚内,并进一步洗涤坩埚内容物。在此操作时可使用吸滤并应避免将滤饼吸干,如有微粒通过滤器,则应减缓抽吸。

注:应保证试样中的氯化钠完全被 80% 乙醇洗去,必要时可以用 0.1 mol/L 的硝酸银溶液和 6 mol/L 的硝酸检查滤液是否含有氯离子。

在室温下用 95% 乙醇(E.2.1)50 mL 分二次洗涤坩埚内容物,最后用乙醚(E.2.3)20 mL 分二次洗涤,吸滤时间不应过长,将坩埚放在烧杯中,于蒸汽浴上加热至无乙醚气味。

注:用乙醚洗涤以完全除去不溶物中的乙醇是必要的。如在烘箱干燥前不完全除去乙醇,则在烘箱干燥期间不能完全除去。

将坩埚和烧杯置于  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  烘箱(E.3.6)中干燥 2 h 后,移入干燥器内冷却 30 min 并称量,重复干燥 1 h 和冷却称量至质量变化不超过 0.003 g 为止。如遇干燥 1 h 质量增加,则以观察到的最低质量

为准。

### E.5 结果计算

羧甲基纤维素钠的纯度以质量分数  $P$  计,数值以%表示,按式(E.1)计算:

$$P(\%) = \frac{m_1}{m_0(100\% - w_0)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(E.1)$$

式中:

$m_1$ ——干燥后不溶物的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——试验份的质量,单位为克(g);

$w_0$ ——试样的水分及挥发物含量,%。

以两次平行测定结果的算术平均值修约至小数点后一位作为测定结果。

### E.6 精密度

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0.3%,以大于0.3%的情况不超过5%为前提。

**附 录 F**  
(规范性附录)

**羧甲基纤维素钠中无机盐的测定**

**F.1 干燥试样的制备**

称取试样约 10 g 于干燥的扁型称量瓶内,开盖后放入 105℃±2℃ 的烘箱中干燥 2 h,取出加盖后放入干燥器中冷却备用。

**F.2 羧甲基纤维素钠中碳酸盐的测定**

**F.2.1 原理**

称取一定量试样,溶解后用盐酸标准滴定溶液滴定至混合指示剂终点,然后再用氢氧化钠标准滴定溶液回滴到混合指示剂终点,计算碳酸盐的含量。

**F.2.2 试剂与材料**

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相当纯度的水。

**F.2.2.1** 盐酸(GB/T 622), $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$  标准滴定溶液,按照 GB/T 601 的规定配制和标定。

**F.2.2.2** 氢氧化钠(GB/T 629), $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$  标准滴定溶液,按照 GB/T 601 的规定配制和标定。

**F.2.2.3** 酚酞(GB/T 10729)指示液,10 g/L 乙醇(95%)溶液,按照 GB/T 603 配制。

**F.2.2.4** 甲基红-溴甲酚绿指示液,按照 GB/T 603 配制。

**F.2.2.5** 无水乙醇(GB/T 678)。

**F.2.3 仪器**

普通实验室仪器和 250 mL 锥形瓶。

**F.2.4 程序**

准确称取试样(F.1)0.5 g(称准至 0.001 g)于锥形瓶(F.2.3)中,用少量无水乙醇(F.2.2.5)润湿,加入 50 mL 新煮沸并冷却的蒸馏水,用玻璃棒轻搅捣碎团块,加入酚酞指示剂(F.2.2.3)2 滴和甲基红-溴甲酚绿指示剂(F.2.2.4)6 滴~7 滴,如溶液呈绿色,则可用氢氧化钠标准滴定溶液(F.2.2.2)调至溶液恰好变为灰色;否则应用 0.2 mol/L 盐酸标准滴定溶液(F.2.2.1)滴定至由红紫色变为灰色,记录耗用盐酸标准滴定溶液的体积  $V_1$ 。继续用 0.2 mol/L 盐酸标准滴定溶液(F.2.2.1)滴定至试样溶液经绿色重现灰色为终点,在电热板上加热煮沸 2 min,如灰色褪去,应小心滴加盐酸标准滴定溶液(F.2.2.1)使之重现灰色,不得过量。记录耗用盐酸标准滴定溶液的体积为  $V_2$ (含  $V_1$  在内的总值)。再用氢氧化钠标准滴定溶液(F.2.2.2)滴至混合指示液由绿色刚好变为浅紫色为终点。记录耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积  $V_3$ 。

**F.2.5 结果与计算**

羧甲基纤维素钠中碳酸盐的含量(以碳酸钠计),用质量分数  $X_1$  计,数值以%表示,按式(F.1)计算:

$$X_1 = \frac{\left( V_2 - V_1 - \frac{V_3 \times c_2}{c_1} \right) \times c_1 \times 106}{10 \times m_0} \dots\dots\dots(\text{F.1})$$

式中:

$V_2$ ——滴定试液至混合指示液经绿色变为灰色终点时所需盐酸标准滴定溶液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——加热前滴定试液至混合指示液呈灰色终点时所需盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——回滴定酸化试液至混合指示液呈浅紫色时所需氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c_1$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$c_2$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$m_0$ ——试验份的质量,单位为克(g);

106——试验中以克表示的碳酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

以两次平行测定结果的算术平均值修约至小数点后一位作为测定结果。

### F.2.6 精密度

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0.5%,以大于0.5%的情况不超过5%为前提。

## F.3 羧甲基纤维素钠中硅酸盐的测定

### F.3.1 原理

硅酸盐在酸性条件下,生成原硅酸沉淀,在高温下分解生成二氧化硅,用重量法测定二氧化硅。

### F.3.2 试剂与材料

F.3.2.1 盐酸(GB/T 622)。

F.3.2.2 硝酸银(GB/T 670),5 g/L 溶液。

### F.3.3 仪器

普通实验室仪器和

F.3.3.1 容量瓶:500 mL。

F.3.3.2 瓷坩埚:50 mL。

F.3.3.3 瓷蒸发皿:100 mL。

F.3.3.4 高温炉:可控制温度于 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

F.3.3.5 滤纸:无灰定量滤纸。

### F.3.4 试样的制备及测定

称取试样(F.1)1.0 g(称准至0.000 1 g)于100 mL瓷蒸发皿(F.3.3.3)中,微火加热,碳化后,在 $450^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$ 下灼烧4 h,取出,冷却后加入水50 mL、浓盐酸(F.3.2.1)10 mL,在沸水浴中加热蒸干后,持续加热30 min,加热水10 mL,通过滤纸(F.3.3.5)过滤,用热水洗涤残留物,直至洗涤液用硝酸银(F.3.2.2)检验无氯离子(Cl)为止,将滤液及洗涤液合并到500 mL容量瓶(F.3.3.1)中(用于测定硫酸盐和磷酸盐)。将含不溶物的滤纸置于已预先恒重的瓷坩埚(F.3.3.2)中,在电炉上烘干,碳化后,放入高温炉(F.3.3.4)中,于 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 灼烧30 min,取出,移入干燥器中冷却后称量(称准至0.000 1 g)。

### F.3.5 结果计算

羧甲基纤维素钠中硅酸盐的含量(以二氧化硅计),用质量分数 $X_2$ 计,数值以%表示,由公式(F.2)给出:

$$X_2 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{F.2})$$

式中:

$m_1$ ——灼烧后试验份质量,单位为克(g);

$m_0$ ——称取试验份质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值修约至小数点后一位作为测定结果。



F.3.6 精密度

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。

F.4 羧甲基纤维素钠中硫酸盐的测定

F.4.1 原理

取一定体积的过滤了硅酸盐的试验溶液，用氯化钡沉淀存在于溶液中的硫酸盐。将沉淀过滤，洗涤，在900℃下灼烧，称量。

F.4.2 试剂与材料

氯化钡(GB/T 652),100 g/L 溶液。

F.4.3 仪器

普通实验室仪器和

F.4.3.1 容量瓶,500 mL。

F.4.3.2 移液管,100 mL。

F.4.4 程序

F.4.4.1 试样制备

将 F.3.4 处理的试样溶液置于 500 mL 容量瓶(F.4.3.1)中,用蒸馏水稀释至刻度,混匀。

F.4.4.2 测定

在黑点滴板上,取试验溶液(F.4.4.1)2滴,滴加数滴氯化钡溶液(F.4.2),目视,若无白色沉淀,则视为无机硫酸盐未测得。否则用移液管(F.4.3.2)移取上述溶液(F.4.4.1)200 mL至250 mL烧杯中,加热溶液浓缩至约100 mL,再按 GB/T 15817—1995 中 7.4 进行测定。

F.4.5 结果计算

羧甲基纤维素钠中无机硫酸盐的含量(以硫酸钠计),用质量分数  $X_3$  计,数值以%表示,由公式(F.3)给出:

$$X_3 = \frac{m_1 \times 5 \times 0.6086}{m_0 \times 2} \times 100 \dots\dots\dots(F.3)$$

式中:

$m_1$ ——硫酸钡沉淀的质量,单位为克(g);

0.6086——硫酸钡换算为硫酸钠的换算因子;

$m_0$ ——试验份的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值修约至小数点后一位作为测定结果。

F.4.6 精密度

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0.3%，以大于0.3%的情况不超过5%为前提。

F.5 羧甲基纤维素钠中磷酸盐的测定

用移液管移取试验溶液(F.4.4.1)25 mL,按 GB/T 13171—2004 附录 A 测定。

## 附 录 G

(规范性附录)

## 羧甲基纤维素钠的筛分试验

## G.1 原理

将试样用规定孔径的筛子,经机械振荡器筛分,分别称取留于筛子上及底盘中试样的质量,以对试样的百分率表示之。

## G.2 仪器

常用实验室仪器和

G.2.1 试验筛(GB/T 6003.1),筛框直径  $D=200$  mm,金属丝编织网筛面。按待测产品标准的要求选取一套规定孔径的筛子,配以底盘和筛盖。

G.2.2 电动振荡器,振幅 36 mm,频率 243 次/min。

G.2.3 分样器,SD-1 型。

## G.3 试样

试样不经干燥,用 SD-1 型分样器(G.2.3)按 GB/T 13173.1 规定分取二只样品,备用。

## G.4 程序

G.4.1 把按要求选取的一套规定孔径的清洁、干燥的筛子(G.2.1),按孔径从小到大的顺序,从下而上重叠为一筛组,将筛组置于底盘之上,一起装在电动振荡器(G.2.2)上。

G.4.2 称取经分样器分样的试样(G.3)100 g(精确到 0.1 g),置于上层筛中,加筛盖。

G.4.3 开动振荡器,在相对湿度小于 50%条件下筛振  $5 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$ ,停止振荡后取下底盘和筛组,分别收集并称取各筛子及底盘中的试样质量(附着于筛面上的粒子用刷子仔细拂下)。

G.4.4 另取一只经分样器分样的试样,重复进行上述试验。

## G.5 结果计算

根据筛盘上残留的试验份质量,按式(G.1)计算颗粒通过百分率:

$$A_i = \frac{B_i}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(G.1)$$

式中:

$A_i$ ——经  $i$  筛层的通过率, %;

$B_i$ —— $i$  筛层以下各层(不包括  $i$  筛层)和底盘上试验份质量之和,单位为克(g);

$m_0$ ——试验份的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值修约至个位作为测定结果。

## G.6 精密度

进行颗粒度试验时,各层筛上和底盘中残留试验份的质量之和( $\Sigma B_i$ ),与投入试验份的质量( $m_0$ )相比,减少量( $\frac{m_0 - \Sigma B_i}{m_0} \times 100$ )应不大于 1%,否则应重新测定。

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。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
洗 涤 剂 用 羧 甲 基 纤 维 素 钠  
GB/T 12028—2006

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 32 千字  
2006年10月第一版 2006年10月第一次印刷

\*

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 12028—2006