

国家标准

表面活性剂 含水量的测定

编制说明

标准编制组

2025 年 3 月

# 表面活性剂含水量的测定

## 1. 任务来源

根据国家标准化管理委员会国标委发[2024]32号《关于下达2024年第五批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》的要求，《表面活性剂 含水量的测定》列入2024年国家标准制修订计划，项目编号为20242258-T-606，由浙江绿科安化学有限公司组织起草，要求2025年完成报批。

## 2. 标准制订的目的和意义

表面活性剂含水量测定的现行标准为 GB/T 11275-2007，至今已实行了十余年。标准规定了含水量测定的两种方法：二甲苯共沸法和卡尔·费休容量法，该方法基本可适用于各类表面活性剂不同水分含量的测定，为表面活性剂行业及其上下游提供了含水量测定方法，但同时该方法也存在一些不足和局限，其中：二甲苯共沸法测试过程时间长，结果精确度较差，目前只适用于含水量较大的产品；卡尔·费休容量法测试时间偏长，试剂等耗用量较大，结果精密性仅能测至 $10^{-4}$ 级，尤其对于含水量小于0.1%的产品，结果准确度不够。随着表面活性剂行业应用领域不断扩展以及生产技术不断提升，下游相关应用领域对产品水分含量控制越来越严、水分含量越来越低，故急需建立一种高效、高精度、适用于更低水分含量产品的测试方法。

2011年本标准采标的国际标准 ISO 4317发布了最新版本，标准中增加了卡尔·费休库伦法，并于2022年完成国际标准复审，复审结论为继续有效。卡尔·费休库伦法通过试样中的水与滴定池阳极电离产生的碘和电解池中的卡氏试剂反应，反应所需碘的量与通过电解池的电量成正比，利用滴定终点所需的电量计算出含水量。相比于卡尔·费休容量法通过颜色的变化来判断滴定终点，卡尔·费休库伦法终点判断更准确，其结果精确度更高，可达 $10^{-6}$ 级；同时库伦法还具有分析速度快（60s左右）、试剂耗用量少（电解液可反复使用）、操作简单等特点，可适用含水量小于0.1%的产品，满足表面活性剂行业及下游相关领域对产品水分含量控制的需求。

“表面活性剂 含水量的测定”标准的修订，增加卡尔·费休库伦法，为表面活性剂产品尤其是众多低水分含量产品的测定提供了更高效、精确的方法，与国际标准方法保持同步。

## 3. 标准修订工作情况

为了切实做好《表面活性剂 含水量的测定》标准的编制工作，我们在接到任务时，成立了标准起草工作组，主要工作如下：

### 3.1 前期调研准备

标准起草工作组对方法标准进行了信息检索，对表面活性剂中含水量测定的国际标准、采标的现行国际标准、国外先进标准等进行了搜集。

对当前国内相关检测技术的现状与发展情况进行全面调研，同时广泛搜集和检索了国内外技术资料，并进行了大量的研究分析、资料查证工作。

### 3.2 标准研制

**3.2.1 标准讨论阶段：**在完成以上工作之后，按照我国标准文本编写要求文件 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，对国际标准 ISO 4317:2011《Surface-active agents and detergents — Determination of water contents—Karl Fischer methods》进行了整理转化，2024年9月完成了“讨论稿”，报全国化学标准化技术委员会（特种）表面活性剂分技术委员秘书处。2024年10月9

日-12日在呼和浩特市召开第四届第二次界面分委会年会暨标准审查会，会上与会专家、委员对标准讨论稿技术内容进行深入交流、讨论，初步确定了该方法标准的相关参数，格式要求等内容。根据与会专家、委员的意见和讨论结果，标准起草工作组对标准讨论稿内容及编制说明进行了修改，同时再次征集了生产企业及下游客户单位参与标准编制、讨论，于2025年3月完善、形成标准“征求意见稿”。

#### 2.2.2 征求意见阶段：

### 3.3 主要参加单位和工作组成员

3.3.1 主要起草单位：浙江绿科安化学有限公司

3.3.2 工作组成员：

## 4. 标准修订的主要内容和依据

### 4.1 编写格式和原则

本文件在编写格式上按照 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》进行编写。本文件按照先进性、科学性和实用性相结合的原则以及文件的统一性、协调性、适用性、一致性和规范性原则进行编制，征求行业内的专家、学者以及技术人员的意见和建议，密切联系实际，注重科学性和可操作性的充分结合，以便于标准颁布后的推广和应用。

### 4.2 标准适用范围的确定

本文件规定了表面活性剂含水量测定方法。

本文件适用于粉状、浆状和液体状产品含水量的测定。

卡尔·费休容量滴定法适用于含水量（质量分数）大于2%的样品；卡尔·费休库伦滴定法适用于含水量（质量分数）小于0.1%的样品；含水量介于0.1%~2%的，两种方法均适用。

注：当试样含有碱性化合物如硅酸盐、碳酸盐、氢氧化物和硼酸盐，将会影响测定值，因而测定前应分析试样中的碱性化合物。

二甲苯共沸蒸馏法适用于含水量(质量分数)大于5%的样品。但共沸蒸馏法不适用含水溶性挥发物的产品，例如含有乙醇的产品。

### 4.3 标准修订的主要内容

本文件代替 GB/T 11275-2007《表面活性剂 含水量的测定》，与 GB/T 11275-2007相比，主要修订内容如下：

4.3.1 对文件结构进行了调整：

4.3.1.1 对文件范围中适用产品、方法适用样品进行了分段调整；

4.3.1.2 对原标准中相同内容合并的条款调整至各自测试方法中。

4.3.2 更改了范围，增加了卡尔·费休库伦滴定法适用样品范围（见第1章，2007年版的第1章）。

4.3.3 增加了“GB/T 21297”规范性引用文件（见第2章, 2007年版的第2章）；

4.3.4 更改了卡尔·费休容量滴定法试验用试剂（见4.2，2007年版的第5章）；

4.3.4.1 更改了蒸馏水描述（见4.2.1）；

- 4.3.4.2 更改了无水甲醇，增加了注和警告（见4.2.2）；
- 4.3.4.3 更改了卡尔·费休试剂（见4.2.3）。
- 4.3.5 更改了卡尔·费休容量滴定法试验用仪器（见4.3, 2007年版的第6章）：
  - 4.3.5.1 更改了滴定器皿描述（见4.3.1.4）；
  - 4.3.5.2 增加了天平（见4.3.5）。
- 4.3.6 增加了针对不同样品的测量步骤（见4.4.4.1、4.4.4.3）。
- 4.3.7 更改了精密度的规定（见4.4.5, 2007年版的7.1.5、7.1.6）。
- 4.3.8 增加了卡尔·费休库伦滴定法（见第5章）。
- 4.3.9 更改了附录B，增加了与ISO 4318:1989的章条编号对照（见附录B，2007年版的附录B）。
- 4.3.10 增加了附录C，卡尔·费休精密度实验室测试结果。
- 4.3.11 增加了参考文献。

#### 4.4 标准内容更改说明

在修订过程中，标准内容更改的主要原因如下：

- 4.4.1 依据 GB/T 1.1—2020 标准化文件的结构要求，对文件结构进行了调整，使文件适用范围更明确，各测试方法步骤内容独立、完整。
- 4.4.2 此次文件修订内容主要为新增了卡尔·费休库伦滴定法，在文件范围中增加了该方法相应的样品适用范围。
- 4.4.3 本文件同时修改采用了 ISO 3218:1989, 按照转化的国际标准情况，增加等同采用国际标准 ISO 383的 GB/T 21297 规范性引用文件，在技术内容上与 ISO 3218:1989 保持一致。
- 4.4.4 按照转化的国际标准情况，修改了蒸馏水的描述，增加了纯度相当的水；对溶剂增加了无水甲醇有干扰样品测试选用溶剂的内容以及注意事项，符合实际试验操作。
- 4.4.5 按照转化的国际标准情况，对水分测定仪中滴定器皿部件描述修改为滴定池，符合国际标准及当下的常规描述。
- 4.4.6 根据转化的国际标准情况和卡尔·费休容量滴定法具体操作步骤，步骤涉及天平称样过程，在试验仪器中增加天平。
- 4.4.7 操作过程中，针对不同形态、不同溶解度样品的需求，设置了相应的通用法和溶解法。通用法适用于样品均一、易于在滴定池中分散。溶解法适用于均匀性较差和/或在滴定池中难以分散的样品。
- 4.4.8 根据转化的国际标准情况，针对溶解滴定法和库伦滴定法在各实验室得到的统计学结果规定了相应的重复性限和再现性限。
- 4.4.9 根据转化的国际标准情况，增加了库伦滴定法，适用于测定水分含量小于0.1%的样品。
- 4.4.10 本文件同时修改采用 ISO 4317:2011和 ISO 4318:1989，在附录B（本文件章条编号与ISO 4317章条编号对照）中增加与ISO 4318:1989的章条编号对照。
- 4.4.11 根据转化的国际标准情况和 GB/T 1.1—2020 标准化文件的结构要求，增加了附录C（实验室测试结果）。

4.4.12 按照转化的国际标准结构及标准的完成性，增加了参考文献。

## 5 精密度验证

此次修订对卡尔·费休法的精密度按采标的国际标准 ISO 4317:2011要求进行更改（见4.4.5, 2007年版的7.1.5、7.1.6）。为对采标的精密度做进一步确认，标准起草工作组对卡尔·费休容量法和卡尔·费休库伦法精密度进行了验证，具体工作如下：

### 5.1 卡尔·费休容量法

选取小于0.5%水分和大于20%水分样品各1个，实验室对每个样品由三名人员检测，每人在重复性条件下测定三次，按 GB/T 6379.2 (ISO 5725-2, IDT) 对数据进行统计处理，计算实验室重复性标准差、重复性变异系数、再现性标准差和再现性变异系数等精密度数据，具体数据如下：

#### 1) 实验室1

样品	检测人员1	检测人员2	检测人员3
样品1 (<0.5%) 含水量, %	0.3832	0.3763	0.3826
	0.3791	0.3858	0.3737
	0.3745	0.3805	0.3766
样品2 (>20%) 含水量, %	28.26	28.73	28.88
	27.74	27.86	29.67
	28.95	29.02	28.35

数据按 GB/T 6379.2 (ISO 5725-2, IDT) 统计处理后，精密度数据如下：

项目	样品1	样品2
平均值, g/100g	0.3791	28.61
重复性标准差, $S_r$ (g/100g)	0.0046	0.6256
重复性变异系数, $V_r$ (%)	1.20	2.19
再现性标准差, $S_R$ (g/100g)	0.0041	0.6084
再现性变异系数, $V_R$ (%)	1.07	2.13

#### 1) 实验室2

样品	检测人员1	检测人员2	检测人员3
样品1 (<0.5%) 含水量, %	0.3837	0.3749	0.3777
	0.3885	0.3883	0.3840
	0.3742	0.3788	0.3871
样品2 (>20%) 含水量, %	28.62	29.32	27.88
	27.69	27.66	28.67
	29.05	28.92	29.23

数据按 GB/T 6379.2 (ISO 5725-2, IDT) 统计处理后，精密度数据如下：

项目	样品1	样品2
----	-----	-----

平均值, g/100g	0.3819	28.56
重复性标准差, $S_r$ (g/100g)	0.0064	0.7514
重复性变异系数, $V_r$ (%)	1.68	2.63
再现性标准差, $S_R$ (g/100g)	0.0054	0.6208
再现性变异系数, $V_R$ (%)	1.40	2.17

上述精密度数据中变异系数均在10%以内, 重复性标准差及再现性标准差, 符合标准附录 C 中的要求, 卡尔·费休容量法及其精密度确认有效。

## 5.2 卡尔·费休库伦法

选取小于0.1%水分和大于0.3%水分样品各1个, 实验室对每个样品由三名人员检测, 每人在重复性条件下测定三次, 按 GB/T 6379.2 (ISO 5725-2, IDT) 对数据进行统计处理, 计算实验室重复性标准差、重复性变异系数、再现性标准差和再现性变异系数等精密度数据, 具体数据如下:

### 1) 实验室1

样品	检测人员1	检测人员2	检测人员3
样品1 (<0.1%) 含水量, %	0.0037	0.0040	0.0033
	0.0037	0.0038	0.0039
	0.0036	0.0035	0.0035
样品2 (>0.3%) 含水量, %	0.3289	0.3280	0.3279
	0.3278	0.3289	0.3280
	0.3281	0.3279	0.3276

数据按 GB/T 6379.2 (ISO 5725-2, IDT) 统计处理后, 精密度数据如下:

项目	样品1	样品2
平均值, g/100g	0.0037	0.3281
重复性标准差, $S_r$ (g/100g)	0.00023	0.00047
重复性变异系数, $V_r$ (%)	6.30	0.144
再现性标准差, $S_R$ (g/100g)	0.00021	0.00046
再现性变异系数, $V_R$ (%)	5.82	0.140

### 1) 实验室2

样品	检测人员1	检测人员2	检测人员3
样品1 (<0.1%) 含水量, %	0.0144	0.0157	0.0147
	0.0151	0.0155	0.0144
	0.0155	0.0145	0.0146
样品2 (>0.3%) 含水量, %	0.3352	0.3415	0.3352
	0.3425	0.3521	0.3521
	0.2417	0.3385	0.3425

数据按 GB/T 6379.2 (ISO 5725-2, IDT) 统计处理后, 精密度数据如下:

项目	样品3	样品4
平均值, g/100g	0.0149	0.3424
重复性标准差, $S_r$ (g/100g)	0.00056	0.00681
重复性变异系数, $V_r$ (%)	3.79	1.99
再现性标准差, $S_R$ (g/100g)	0.00057	0.00600
再现性变异系数, $V_R$ (%)	3.82	1.75

上述精密度数据中变异系数均在10%以内, 重复性标准差及再现性标准差, 符合标准附录 C 中的要求, 卡尔·费休库伦法及其精密度确认有效。

## 6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 完全鉴别样品所需的全部资料;
- 所用参考方法、溶剂类型、卡尔·费休试剂类型;
- 所得结果及表示方法;
- 试验条件;
- 本文件中及引用文件中未包括的, 任选的所有操作细节均会影响结果的人和操作细节。

## 7 标准中如果涉及专利, 应有明确的知识产权说明

本文件起草人尚未发现标准内容涉及专利和知识产权。

## 8 采用国际标准和国外先进标准情况

本文件修改采用 ISO 4317:2011 《Surface-active agents and detergents — Determination of water content—Karl Fischer methods》和 ISO 4318:1989 《Surface-active agents and soaps — Determination of water content—Azeotropic distillation method》。

本文件水平为国际先进水平。

本文件与 ISO 4317: 2011和 ISO 4318:1989的技术性差异及其原因如下:

——更改了规范性引用文件, 用等同采用国际标准的 GB/T 6372代替了 ISO 607, 用修改采用国际标准的 GB/T 6682代替了 ISO 3696, 用等同采用国际标准的 GB/T 21297代替了 ISO 383 (见第2章), 更适合我国技术条件;

——增加了卡尔·费休容量滴定法中试样不同含水量的取样量规定 (见4.4.3), 有利于减少试验误差。

## 9 与现行相关法律、法规、规章及相关标准, 特别是强制性标准的协调性

本标准与我国现行相关的法律、法规、规章等保持协调一致, 没有冲突。

## 10 标准性质的建议说明

建议本标准为推荐性国家标准。

## 11 贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准由全国化学标准化技术委员会 (特种) 界面活性剂分技术委员会负责解释、组织宣贯。

## 12 废止现行相关标准的建议

建议该标准化文件发布后，GB/T 11275-2007废止。

### 13 其它应予说明的事项

无。

### 14 主要参考文献

ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method。