



中华人民共和国国家标准

GB/T 13173.4—91

洗涤剂中各种磷酸盐的分离测定 (离子交换柱色谱法)

Separation and determination of different
forms of phosphate in detergents—
Ion exchange column chromatography

1991-09-10 发布

1992-08-01 实施



国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
洗涤剂中各种磷酸盐的分离测定
(离子交换柱色谱法)
GB/T 13173.4—91

*

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.bzcbs.com

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

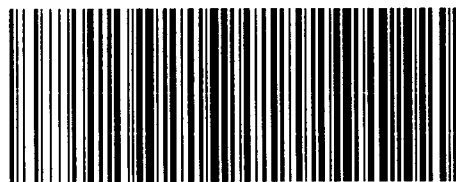
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
1992年6月第一版 2005年8月第二次印刷

*

书号: 155066·1-24916 定价 8.00 元

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 13173.4—1991

中华人民共和国国家标准

洗涤剂中各种磷酸盐的分离测定 (离子交换柱色谱法)

GB/T 13173.4—91

Separation and determination of different
forms of phosphate in detergents—
Ion exchange column chromatography

本标准参照采用国际标准 ISO 3358—1979《工业用三聚磷酸钠和焦磷酸钠——柱色谱分离和测定不同形式的磷酸盐》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用离子交换色谱和磷钼蓝比色分离测定洗涤剂中各种磷酸盐的方法。

本标准适用于洗衣粉、洗衣膏等洗涤剂中各种磷酸盐的分离测定。

2 原理

样品溶液注入阴离子交换树脂柱后,先用水洗脱阳离子和非离子表面活性剂,再用递增浓度的氯化钾溶液依次洗提分离出正、焦、三聚、三偏和多聚磷酸盐,经水解后,以磷钼蓝比色法测定。

3 试剂

分析中应使用分析纯试剂;试验用水应为重蒸水或去离子水。

3.1 强碱性阴离子交换树脂(HG 2—886):201×7,氯型,粒度70~160 μm。在4 mol/L盐酸中浸泡一星期,用蒸馏水以倾泻法洗至洗液澄清,保存于水中备用。

注:商品树脂如上海树脂厂产717强碱性阴离子交换树脂(201×7),氯型,可用。

3.2 缓冲溶液(pH=4.3)

溶解51 g三水合乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)(GB 693)和46 mL冰乙酸(GB 676)于水中,用水稀释至1 L。

3.3 钼酸铵-硫酸溶液

溶解7.2 g四水合钼酸铵[(NH_4)₆Mo₇O₂₄·4 H₂O](GB 657)于水中,加入400 mL $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=5 \text{ mol/L}$ 硫酸,用水稀释至1 L。此溶液中硫酸(H_2SO_4)浓度为2 mol/L,含氧化钼(MoO_3)6 g/L。

3.4 抗坏血酸,25 g/L溶液

溶解2.5 g抗坏血酸于100 mL水中。该溶液每隔2~3 d需重新配制。

3.5 氯化钾(GB 646),0.15 mol/L溶液

溶解11.2 g氯化钾于水中,加10 mL缓冲溶液(3.2),用水稀释至1 L。

3.6 氯化钾,0.25 mol/L溶液

称取18.6 g氯化钾,配制方法同3.5。

3.7 氯化钾,0.50 mol/L溶液

称取37.3 g氯化钾,配制方法同3.5。

3.8 氯化钾, 0.75 mol/L 溶液

称取 55.9 g 氯化钾, 配制方法同 3.5。

3.9 五氧化二磷标准溶液 (1.00 mgP₂O₅/mL)

将磷酸二氢钾(KH₂PO₄)在 110℃ 干燥 2 h, 在干燥器中冷却后称取 1.917 g (称准至 0.000 5 g), 加水溶解, 移入 1 L 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

3.10 五氧化二磷标准使用溶液, 10 mg/mL。

移取标准溶液(3.9)10.0 mL 于 1 L 的容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

3.11 盐酸(GB 622), 2 mol/L 溶液。

4 仪器

常用实验室仪器及:

4.1 分光光度计: 波长范围 350~800 nm。

4.2 离子交换柱: 如图 1 所示, 可用 25 mL 滴定管代替。



图 1 离子交换柱

4.3 分液漏斗: 125 mL, 固定在铁环上, 配备橡皮塞与交换柱顶部连接。

4.4 试管: $\phi 25 \times 200$ mm, 硬质玻璃制。

4.5 玻璃棉。

5 程序

5.1 准备工作

5.1.1 离子交换柱的准备

将离子交换柱(4.2)固定在架子上,其柱底装填 10 mm 厚的玻璃棉(4.5),将处理好的树脂(3.1)装入柱内,控制树脂床高为 300 mm,用盐酸(3.11)浸泡过夜,用前按 5.1.2 树脂再生步骤中使用前的处理程序处理后,即可进样。

5.1.2 树脂的再生

每次样品洗提分离完毕后,用 200 mL 盐酸(3.11)流过树脂床且浸泡过夜使树脂再生。使用前用 50 mL 盐酸(3.11)流过柱,关闭交换柱旋塞,将柱充满水,塞上橡皮塞,倒转几次使树脂松动,排出空气。将柱竖直固定在架上,连接好分液漏斗(如图 1)用水先慢速洗树脂,然后以 5.5~6.0 mL/min 流速洗至流出液 pH 4.5~5.0(用水约 80 mL)。保持液面高于树脂层约 1 cm,关闭交换柱和分液漏斗的旋塞,备用。

5.1.3 选择最佳色谱分离条件

各种磷酸盐彼此分离与离子交换树脂的性能、交换柱参数、树脂床高、洗提液浓度、pH 值和流速等因素有关。因此,对选用的交换柱、离子交换树脂,制备好的离子交换柱,应按 5.2 分离测定程序,先用已知磷酸盐组分的样品,每 5 mL 流出液收作一份,按 5.1.4 分别测定吸光度,绘制吸光度/流出体积曲线,从而确定最佳分离条件。

典型分离条件示范图见图 2。

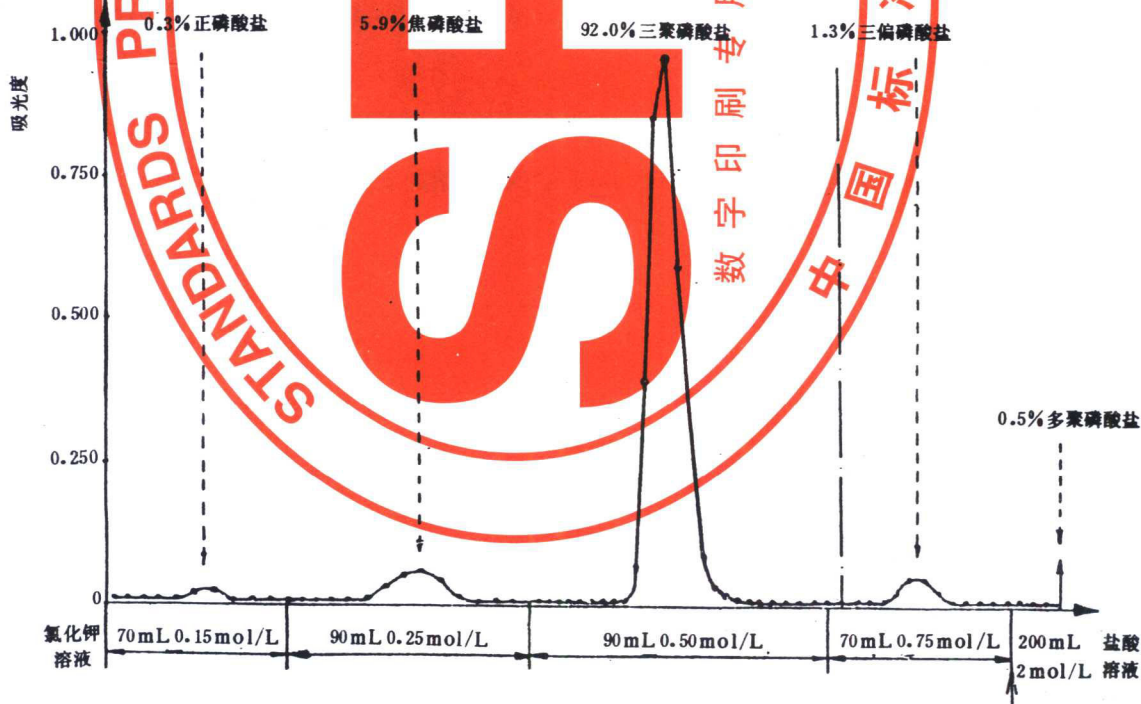


图 2 测定洗提条件的示范图

5.1.4 标准曲线的制作

分别移取五氧化二磷标准使用溶液(3.10) 0、2、4、6、8、10、15、20 mL 至试管(4.4)中,加水至 25 mL,依次加入 10 mL 钼酸铵-硫酸溶液(3.3)和 2 mL 抗坏血酸(3.4),在沸水浴中加热 45 min,冷却,分别转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用分光光度计以 20 mm 比色池,水作参比,于

650 nm 测定此系列溶液的吸光度。以净吸光度为纵坐标,五氧化二磷含量(μg)为横坐标绘制标准曲线。

5.2 分离测定

称取 1 g 洗涤剂(粉、膏)样品(称准至 0.2 mg),用水溶解并转移至 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 缓冲溶液(3.2),用水稀释至刻度,混匀,用慢速定性干滤纸过滤。移取 10.0 mL 滤液于离子交换柱上端的分液漏斗中,依次打开分液漏斗和离子交换柱的旋塞,使样品溶液流入树脂床,用 10 mL 水冲洗分液漏斗,随后再加 60 mL 水,加压,表压 $9.8 \times 10^3 \text{ Pa}$ (0.1 kgf/cm^2),控制流速 $5.5 \sim 6.5 \text{ mL/min}$,洗脱阳离子和非离子表面活性剂等组分,弃去流出液。接着依次用 0.15 mol/L 氯化钾溶液(3.5)70 mL,0.25 mol/L 氯化钾溶液(3.6)90 mL,0.5 mol/L 氯化钾溶液(3.7)90 mL,0.75 mol/L 氯化钾溶液(3.8)70 mL,分别洗提正磷酸、焦磷酸、三聚磷酸、三偏磷酸根离子,并分别收集流出液于 100、250、250、100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。分别移取 10~25 mL 按 5.1.4 程序测定各组分的吸光度,从标准曲线查得相应的五氧化二磷的量(μg)。

6 分析结果计算

洗衣粉中各种形式磷酸盐的质量百分含量(X)按下式计算:

$$X = \frac{m_i}{m_0} \times F_i \times 100$$

式中: m_0 —— 试样的质量, g;

m_i —— 由 i 种流出液中测得的五氧化二磷质量, g;

F_i —— 从五氧化二磷计算相应形式磷酸钠的换算系数,分别如下:正磷酸钠(Na_2HPO_4), $F_i = 2.000$;焦磷酸钠($\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7$), $F_i = 1.873$;三聚磷酸钠($\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}$), $F_i = 1.728$;三偏磷酸钠(NaPO_3)₃, $F_i = 1.437$ 。

7 精密度

测定洗衣粉中正磷酸钠、焦磷酸钠、三聚磷酸钠和三偏磷酸钠的双样分析结果之差分别不得大于 0.10、0.50、1.0、0.10。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由轻工业部日用化学工业科学研究所技术归口;

本标准由轻工业部日用化学工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人张佩芬、耿謨。