

ICS 71.100.40
G 72



中华人民共和国国家标准

GB/T 5551—2010
代替 GB/T 5551—1992

表面活性剂 分散剂中钙、镁离子 总含量的测定方法

Surface active agents—Determination for total calcium ion
and magnesium ion contents in dispersing agents

(ISO 2482:1973, Sodium chloride for industrial use—Determination of
calcium and magnesium contents—EDTA complexometric methods, NEQ)

2011-01-04 发布

2011-12-01 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

前 言

本标准代替 GB/T 5551—1992《表面活性剂分散剂中钙、镁总含量的测定方法》。

本标准与原标准的主要差异：

- 编写格式按 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》；
- 将标准的名称改为《表面活性剂 分散剂中钙、镁离子总含量的测定方法》；
- 增加了前言；
- 增加了 pH 复合电极；
- 添置自动电极电位滴定仪为本标准检测所用仪器；
- 将原标准中仪器分辨率为 0.1 mV 改为分辨率为 1 mV；
- 删除了原标准中铜试剂；
- 增加了试验报告章节。

本标准与国际标准 ISO 2482:1973《工业用氯化钠——钙和镁含量的测定——EDTA 络合滴定法》的一致性程度为非等效。

本标准与国际标准 ISO 2482:1973 的主要技术变化为：

- 修改了测定的原理，将原来的用媒介黑 11 作为指示剂用 EDTA 滴定来确定终点的方法，修改成了采用电极电位的突跃变化来确定终点；
- 修改并增加了规范性引用文件；
- 删除了 ISO 2482:1973 中的 5.2、5.5、5.8 以及 5.9；
- 修改了 ISO 中 5.6 以及 5.7 配制 EDTA 标准体积溶液的方法，由原先的 0.02 mol/L 和 0.002 mol/L 两种标准体积溶液修改成 0.010 mol/L。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由上海市染料研究所有限公司归口。

本标准起草单位：上海染料研究所有限公司、辽宁奥克化学股份有限公司。

本标准主要起草人：李琴、刘兆滨、黄伟卿、刘卫琴。

本标准历次版本发布情况为：

- GB/T 5551—1985、GB/T 5551—1992。

表面活性剂 分散剂中钙、镁离子 总含量的测定方法

1 范围

本标准规定了测定表面活性剂中分散剂类产品钙、镁离子总含量方法。
本标准适用于表面活性剂类中分散剂产品钙、镁离子总含量的测定。

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,仅所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 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 9725 化学试剂 电位滴定法通则(GB/T 9725—2007,ISO 6353-1:1982,MOD)

3 原理

将试样配成定量溶液,在掩蔽剂存在下,采用 EDTA 标准溶液进行络合滴定,以离子选择电极作为指示电极,测定溶液中电极电位的变化,根据电极电位的突跃变化来确定终点,按耗用的 EDTA 标准溶液的体积计算出样品中钙、镁离子总含量。

4 试剂和材料

4.1 实验室用蒸馏水:三级水。

4.2 盐酸溶液:化学纯, $c(\text{HCl})=0.2\text{ mol/L}$ 。

4.3 三乙醇胺溶液:稀释 1+4 水溶液。

4.4 氢氧化钠溶液:化学纯,10%(质量分数)。

4.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.010\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 中 4.15 配制和标定。

4.6 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液($\text{pH}\approx 10$):按 GB/T 603 中 4.4.9 配制。

5 仪器和设备

5.1 烧杯:容量 150 mL、250 mL。

5.2 容量瓶:容量 500 mL。

5.3 滴定管:容量 10 mL,棕色酸式滴定管。

5.4 移液管:容量 50 mL、1 mL。

5.5 自动电极电位测定仪或类似性能仪器,分刻度为 1 mV。

- 5.6 PCa-1 型离子选择性电极。
- 5.7 232 型甘汞电极。
- 5.8 pH 复合电极。
- 5.9 秒表。

6 测定液的制备

6.1 试样溶液的制备

根据预计的钙、镁离子总含量,称取表 1 中规定的试样质量,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,用蒸馏水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度摇匀,备用。

表 1 试样的称取量

试样中预计的钙、镁离子总含量(质量分数)/ %	试样质量/ g
1.0~2.0	1
0.5~1.0	2
0.1~0.5	4
<0.1	8

6.2 测定液的制备

用移液管吸取上述试样溶液,置于 150 mL 烧杯中,加入盐酸溶液 2 滴~3 滴,三乙醇胺溶液 2 滴~3 滴,氢氧化钠溶液 1 滴~2 滴,氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液 0.15 mL~0.20 mL,测定液的 pH 值范围应为 10.0~10.5。测定液需用现配。

7 测定

将测定液置于电极电位滴定仪的磁力搅拌装置上,启动磁力搅拌,插入钙离子选择电极及甘汞电极,将两电极与电极电位滴定仪相连接。

逐滴加入 EDTA 标准滴定溶液,并观察电极电位的变化,当每加入 1 滴(约 0.05 mL)EDTA 标准滴定溶液导致电位值(mV)变化开始增大时,应放慢滴加的速度,约 2 min 加 1 滴,直至电位变化不大时为止,记录每次滴加 EDTA 标准滴定溶液后滴定管的读数及测得的电位值。每次测定完毕后,用蒸馏水清洗电极 3 min~5 min。

同时做一空白试验

一个试样平行测定两次,以其算术平均值作为测定结果。

8 测定结果的表述

8.1 滴定终点的确定

按 GB/T 9725 中 6.2.2 规定确定终点。

8.2 结果的计算

分散剂中钙、镁离子总量的质量分数(以钙计)按式(1)计算:

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.040\ 08 \times 10}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X —— 分散剂中钙、镁离子总量的质量分数(以钙计), %;
- V —— 试样耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- V₀ —— 空白试验耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- c —— 滴定用 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- m —— 试样的质量, 单位为克(g);
- 0.040 08 —— 与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液[c(EDTA)=1.000 mol/L]相当的, 以克表示的钙的质量。

9 允许差

本方法各次测定值的允许差见表 2:

表 2 测定值的允许差

试样中的钙、镁离子总含量(质量分数)/ %	允许差(质量分数)/ %
1.0~2.0	≤0.04
0.5~1.0	≤0.02
0.1~0.5	≤0.01
<0.1	≤0.005

10 试验报告

- 试验报告应包括以下内容:
- 所用测试方法的参考文件;
 - 本标准所表示的结果;
 - 本标准中未包括的或任选的任何操作;
 - 在测定过程中的任何不正常情况;
 - 应给出完全鉴别样品所需的所有细节。
-