



中华人民共和国国家标准

GB/T 15916—2012
代替 GB/T 15916—1995

表面活性剂 螯合剂含量的测定 滴定法

Surface active agents—Determination of
chelating agent content—Titrimetric method

ISO 4325:1990, Soaps and detergents—Determination of chelating agent
content—Titrimetric method, MOD)

2012-12-31 发布

2013-08-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 15916—1995《表面活性剂 螯合剂含量的测定 滴定法》，与 GB/T 15916—1995 相比，主要变化如下：

- 增加了前言；
- 增加资料性附录 A。

本标准使用重新起草法修改采用国际标准 ISO 4325:1990《肥皂和洗涤剂 螯合剂含量的测定 滴定法》。

本标准与 ISO 4325:1990 相比在结构上有较多调整，附录 A 列出了本标准与 ISO 4325:1990 的章节编号对照一览表。

本标准与 ISO 4325:1990 的技术性差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本标准做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用等同采用国际标准的 GB/T 6372—2006 代替了 ISO 607:1980(见第 6 章)；
- 用修改采用国际标准的 GB/T 6682—2008 代替了 ISO 3696:1987(见 4.1)；
- 增加引用了 GB/T 622—2006(见 4.2)；
- 增加引用了 GB/T 6368—2008(见第 7 章)；
- 删除了 ISO 385.1:1984。

——增加 5.3，因为第 7 章中试验条件有加热搅拌的步骤。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(特种)表面活性剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 8)归口。

本标准起草单位：上海天坛助剂有限公司、浙江皇马科技股份有限公司。

本标准主要起草人：傅瑞芳、钟仁标、庄永斌、唐福伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 15916—1995。

表面活性剂 螯合剂含量的测定

滴定法

1 范围

本标准规定了测定表面活性剂中螯合剂含量的方法,螯合剂含量不超过2%(质量分数)。

本标准适用于表面活性剂中乙二胺四乙酸(EDTA)及其盐类含量的测定,在测定其他螯合剂含量、或测定存在其他螯合剂时的乙二胺四乙酸含量之前,应确认本方法的适用性。

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 622—2006 化学试剂 盐酸

GB/T 6368—2008 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法(ISO 4316:1977, IDT)

GB/T 6372—2006 表面活性剂和洗涤剂 样品分样法(ISO 607:1980, IDT)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

3 原理

将试样溶解于水,调节溶液 pH 值至 4.6,以 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚作为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液滴定。

4 试剂和材料

4.1 试验用水

符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水要求。

4.2 盐酸溶液

符合 GB/T 622—2006 的技术要求, $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/L}$ 。

4.3 乙酸缓冲溶液

pH=4.6,将 $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0.4 \text{ mol/L}$ 的乙酸溶液和 $c(\text{NaOH}) = 0.2 \text{ mol/L}$ 的氢氧化钠溶液等体积混合配制。

4.4 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)标准滴定溶液

$c(\text{CuSO}_4) = 0.010 0 \text{ mol/L}$,称取纯度为 99%(质量分数)的硫酸铜五水合物($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 2.522 g,精确至 0.001 g,溶解于水,稀释至 1 000 mL,混匀。

4.5 PAN[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]指示剂溶液

乙醇溶液,质量分数为0.1%,储存期不超过7 d。

5 仪器

5.1 滴定管

容量为50 mL的酸式滴定管。

5.2 pH计

配有复合电极或者玻璃电极和甘汞/氯化钾参考电极。

5.3 具有加热的磁力搅拌器

6 采样

按GB/T 6372—2006规定采样、制备和储存试样。

7 测定

称取试样10 g,精确至0.1 g,置于烧杯或锥形瓶中,加入100 mL水,于室温或加热下搅拌,使其溶解,选择溶液时的温度根据其溶解难易情况而定,若试样加热至60℃仍有不溶物时,可予滤去。按GB/T 6368—2008的规定测定溶液的pH值,用盐酸溶液调节pH值至 4.6 ± 0.05 ,提起电极,用少许水冲洗,移出电极。

加入5 mL乙酸缓冲溶液和0.4 mL PAN指示剂溶液,于60℃左右以硫酸铜标准滴定溶液滴定,当溶液由黄色转为酒红色,即为终点。

注:酒红色应至少维持1 min,终点褪色表明有其他螯合剂存在。

8 结果的表示

8.1 计算

螯合剂含量以EDTA质量分数 w 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{cV \times 0.292}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——所用硫酸铜标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定消耗的硫酸铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.292 ——与1.00 mL硫酸铜标准滴定溶液 $[c(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的乙二胺四乙酸的质量;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

注:取2次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8.2 精密度

8.2.1 重复性

对相同样品由同一分析人员操作,使用同一仪器进行快速相继测定。对于 EDTA 含量高至 2%(质量分数)的试样,两次测定结果之差不大于 0.01%(质量分数)。

8.2.2 再现性

对相同样品在两个不同实验室中测定,对于 EDTA 含量高至 2%(质量分数)的试样,两次测定结果之差不大于 0.04%(质量分数)。

9 试验报告

试验报告应包括下列各项:

- 完全鉴别样品所需的全部资料;
- 采用的方法(包括本标准中的引用标准);
- 结果及其表示方式;
- 本标准或引用标准中未规定的或任选的操作细节,以及会影响结果的情况。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 4325:1990 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 4325:1990 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 4325:1990 的章条编号对照情况

本标准章条编号	对应的 ISO 章条编号
4.1	第 4 章的悬置段
4.2	4.1
4.3	4.2
4.5	4.3
5.1	5.2
5.2	5.1
5.3	—
7	7.1、7.2
