

UDC 661.185.6 : 543.06
Y 43



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

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)₆ Mo_7O_{24} ·4 H₂O](GB 657)于水中,加入400 mL c(H₂SO₄)=5 mol/L 硫酸,用水稀释至1 L。此溶液中硫酸(H₂SO₄)浓度为2 mol/L,含氧化钼(MoO₃)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。