

前 言

GB/T 19421《层状结晶二硅酸钠试验方法》分为 12 个部分：

- GB/T 19421.1 δ 相层状结晶二硅酸钠定性分析 X 射线衍射仪法；
- GB/T 19421.2 白度的测定；
- GB/T 19421.3 pH 值的测定；
- GB/T 19421.4 EDTA 容量法测定钙交换能力；
- GB/T 19421.5 EDTA 容量法测定镁交换能力；
- GB/T 19421.6 重量法测定灼烧失量；
- GB/T 19421.7 重量法测定湿存水量；
- GB/T 19421.8 邻菲罗啉比色法测定三氧化二铁含量；
- GB/T 19421.9 容量法测定氧化钠含量；
- GB/T 19421.10 氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量；
- GB/T 19421.11 原子吸收分光光度法测定氧化钙含量；
- GB/T 19421.12 原子吸收分光光度法测定氧化镁含量。

本部分为 GB/T 19421 的第 11 部分。

本部分的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本部分起草单位：山东铝业股份有限公司研究院、中国日用化学工业研究院。

本部分主要起草人：王云霞、苏献瑞。

层状结晶二硅酸钠试验方法

原子吸收分光光度法测定氧化钙含量

1 范围

GB/T 19421 的本部分规定了层状结晶二硅酸钠中原子吸收分光光度法测定氧化钙含量的方法。本部分适用于可用作洗涤剂层状结晶二硅酸钠中氧化钙含量(0.001%~0.01%)的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19421 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

3 原理

试样加硝酸、高氯酸、氢氟酸加热分解除硅,在盐酸介质中,直接引入原子吸收火焰中测定,铝、硅、铁等元素对测定有干扰,用氯化铯消除。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

- 4.1 盐酸(GB/T 622), (1+1)溶液。
- 4.2 盐酸(GB/T 622), (1+3)溶液。
- 4.3 硝酸(GB/T 626), 优级纯。
- 4.4 高氯酸(GB/T 623), 优级纯。
- 4.5 氢氟酸(GB/T 620), 400 g/L 溶液。
- 4.6 氯化铯(HG 3-1073), 优级纯, 150 g/L 溶液。
- 4.7 氧化钙标准储存溶液: 准确称取 1.785 7 g 基准碳酸钙(GB 12596)(预先在 105℃ 烘箱中烘 1 h, 并置于干燥器中冷却至室温)于 250 mL 烧杯中, 加 20 mL 水, 滴加盐酸(4.1)至完全溶解, 再加 10 mL, 煮沸 3 min 驱除二氧化碳, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。此溶液为 1 mL 含 1 mg 氧化钙。
- 4.8 氧化钙标准溶液: 移取 50.00 mL 氧化钙标准储存溶液(4.7)于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液为 1 mL 含 50 μg 氧化钙。

5 仪器

普通实验室仪器和

- 5.1 原子吸收分光光度计, 附有空气-乙炔燃烧器, 钙空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计均应达到以下指标:

最低灵敏度: 校准曲线中等差浓度标准溶液的最高浓度的吸光度应不低于 0.300 0。

校准曲线的线性: 五个等差浓度标准溶液中, 最高与次高浓度标准溶液的吸光度之差, 应不小于最

低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度差值的 0.8 倍。

最低稳定性：校准曲线中最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得的吸光度相当于最高浓度吸光度平均值的变异系数分别小于 1.5% 和 0.5%。

最低稳定性变异系数的计算见附录 A。

GGX-6 型原子吸收分光光度计的工作参数参见附录 B。

5.2 黄金皿, 50 mL。

6 试验程序

6.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化钙标准溶液(4.8)于一组 50 mL 容量瓶中,依次加入 4 mL 盐酸(4.1),5 mL 氯化铯溶液(4.6),用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,于波长 422.7 nm 处,以空气-乙炔火焰测量吸光度。以氧化钙浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度的吸光度)为纵坐标,绘制校准曲线。

6.2 试样制备

试样预先于 105℃ ± 2℃ 烘箱中烘干 2 h,取出置于干燥器中,冷却至室温,备称样用。

6.3 测定

称取 0.5 g 试样(6.2)(精确至 0.001 g)于黄金皿(5.2)中,加入 2 mL 硝酸(4.3),2 mL 高氯酸(4.4),10 mL 氢氟酸(4.5),置于电热板上加热,冒尽白烟,再加入 10 mL 氢氟酸(4.5)冒尽白烟。取下黄金皿(5.2),加入 10 mL 盐酸(4.1),再加热溶解残渣。移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。分取 20 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.2),5 mL 氯化铯(4.6),加水至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,于波长 422.7 nm 处,以空气-乙炔火焰测定吸光度,从校准曲线上查出氧化钙的浓度。

7 结果计算

层状结晶二硅酸钠中氧化钙质量百分含量以 CaO(%)表示,按公式(1)计算:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{c \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——自校准曲线上查得的氧化钙浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——被测溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——分取溶液相当试样量,单位为克(g)。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后三位为测定结果。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.005%,以大于 0.005% 的情况不超过 5% 为前提。

附录 A

(规范性附录)

最低稳定性变异系数的计算

最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度读数的变异系数计算公式如下:

$$S_c = \frac{100}{C} \sqrt{\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A.1)$$

$$S_o = \frac{100}{C} \sqrt{\frac{\sum (O - \bar{O})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

 S_c ——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数; S_o ——零高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数; C ——最高浓度标准溶液的吸光度; \bar{C} ——最高浓度标准溶液的吸光度的平均值; O ——零高浓度标准溶液吸光度; \bar{O} ——零高浓度标准溶液吸光度的平均值; n ——测量次数。

附录 B

(资料性附录)

GGX-6 型原子吸收分光光度计的工作参数

元素	波长/nm	灯电流/mA	光谱带宽/nm	空气流量/ (L/min)	乙炔流量/ (L/min)	燃烧器高度/ nm
钙	422.7	3	0.2	6.6	1.2	6