

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 5 部分。

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 EDTA容量法测定镁交换能力

1 范围

GB/T 19421 的本部分规定了层状结晶二硅酸钠中镁交换能力的分析方法。
本部分适用于可用作洗涤助剂的层状结晶二硅酸钠中镁交换能力的测定。

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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

层状结晶二硅酸钠中钠离子可被镁离子交换,将定量的层状结晶二硅酸钠放入过量的氯化镁标准溶液中,二者反应生成硅酸镁沉淀,剩余镁离子用 EDTA 标准滴定溶液滴定,计算镁交换能力。

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 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB/T 1401), $c(\text{EDTA}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液

按 GB/T 601—2002 中 4.15 配制和标定 0.1 mol/L 标准滴定溶液,临用前再稀释 10 倍得 $c(\text{EDTA}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液(必要时重新标定)。

4.2 氯化镁(GB/T 672), $c(\text{MgCl}_2) = 0.05 \text{ mol/L}$ 标准溶液

a) 配制:称取 10.15 g 氯化镁(GB/T 672)(称准至 0.001 g),用水溶解并稀释至 1000 mL ,混匀。

b) 标定:用移液管吸取 20 mL 此溶液于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀,然后从中吸取 20 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水、 15 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.3)和 0.03 g 酸性铬蓝 K 指示剂(4.5),用 EDTA 标准滴定溶液(4.1)滴定,由酒红色至蓝色为终点。

c) 计算:氯化镁标准溶液浓度以 c_0 (mol/L)表示,按公式(1)计算。

$$c_0 = \frac{c_1 \times V_1 \times 5}{20} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——EDTA 标准滴定溶液(4.1)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——标定时,耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.3 氨-氯化铵缓冲溶液(pH=10)

按 GB/T 603—2002 中 4.1.3.3.1 配制。

4.4 氢氧化钠(GB/T 629), $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 溶液

称取 2 g 氢氧化钠溶解并定容至 100 mL 。

4.5 酸性铬蓝 K 指示剂

- a) 铬蓝 K;
- b) 萘酚绿 B;
- c) 硝酸钾(GB/T 647);
- d) 酸性铬蓝 K 指示剂的配制:将上述 a) 物质 0.3 g 与 b) 物质 0.75 g 及 c) 物质(预先于 110℃ 烘 1 h,冷却至室温)50 g 研磨混匀。

5 仪器

普通实验室仪器和

- 5.1 超级恒温器。
- 5.2 无级调速电动搅拌机。

6 试验程序

6.1 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。

6.2 试验份

称取 0.5 g 试样,精确到 0.000 1 g。

6.3 测定

用移液管吸取 0.05 mol/L 氯化镁标准溶液(4.2)50 mL 于 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度混匀,全部转移至干燥的 1 000 mL 烧杯中,加数滴氢氧化钠溶液(4.4)调节溶液的 pH 值为 10.5 ± 0.1(在搅拌状态下用 pH 计测得),加热至 35℃,加入试验份(6.2),立即把烧杯置于已恒温至 35℃ ± 1℃ 的水浴中,在 500 r/min 转速下搅拌 20 min。取下用干燥的慢速定性滤纸过滤,将最初的滤液弃去,立即移取 50 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加入 15 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.3)和 0.03 g 酸性铬蓝 K 指示剂(4.5),用 EDTA 标准滴定溶液(4.1)滴定,由紫红色至蓝色为终点。

7 结果计算

层状结晶二硅酸钠中镁离子交换质量以 MgCO₃ (mg/g) 表示,按公式(2)计算:

$$\begin{aligned}
 \text{MgCO}_3 \text{ (mg/g)} &= \frac{c_{\text{MgCl}_2} \times \frac{50}{500} \times 50 \times 84.32 - V_{\text{EDTA}} \times c_{\text{EDTA}} \times 84.32}{m \times \frac{50}{500}} \\
 &= \frac{843.2 \times (5 \times c_{\text{MgCl}_2} - V_{\text{EDTA}} \times c_{\text{EDTA}})}{m} \dots\dots\dots (2)
 \end{aligned}$$

式中:

- c_{MgCl_2} —— 氯化镁标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_{EDTA} —— 滴定所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_{EDTA} —— EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m —— 试验份质量,单位为克(g)。

以两次平行测定的算术平均值表示到整数个位为测定结果。

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 2 mg/g,以大于 2 mg/g 的情况不超过 5% 为前提。