



中华人民共和国国家标准

GB/T 9984.3—2004
代替 GB/T 9984.3—1988

工业三聚磷酸钠 离子交换柱色谱法 分离测定不同形式的磷酸盐

Sodium tripolyphosphate for industrial use—Separation by ion exchange chromatography and determination of the different phosphate forms

(ISO 3358:1979 Sodium tripolyphosphate and sodium pyrophosphate for industrial use—Separation by column chromatography and determination of the different phosphate forms, MOD)

2004-03-15 发布

2004-09-01 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

GB/T 9984《工业三聚磷酸钠试验方法》系列标准分为 11 个部分：

GB/T 9984.1 工业三聚磷酸钠 白度的测定

GB/T 9984.2 工业三聚磷酸钠 总五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

GB/T 9984.3 工业三聚磷酸钠 离子交换柱色谱法分离测定不同形式的磷酸盐

GB/T 9984.4 工业三聚磷酸钠 水不溶物的测定

GB/T 9984.5 工业三聚磷酸钠和焦磷酸钠 灼烧损失的测定

GB/T 9984.6 工业三聚磷酸钠 铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法

GB/T 9984.7 工业三聚磷酸钠 pH 的测定 电位计法

GB/T 9984.8 工业三聚磷酸钠 颗粒度的测定

GB/T 9984.9 工业三聚磷酸钠 表观密度的测定 给定体积称量法

GB/T 9984.10 工业三聚磷酸钠(包括食品工业用) 氮的氧化物含量的测定 3,4-二甲苯酚分光光度法

GB/T 9984.11 工业三聚磷酸钠 I 型含量的测定

本部分为 GB/T 9984 的第 3 部分。

本部分代替 GB/T 9984.3—1988《工业三聚磷酸钠 离子交换柱色谱法分离测定不同形式的磷酸盐》。

本部分修改采用 ISO 3358:1979《工业三聚磷酸钠和焦磷酸钠 离子交换柱色谱法分离测定不同形式的磷酸盐》(英文版)。

本部分根据 ISO 3358:1979 重新起草。由于我国的法律要求和工业的特殊需要,本标准在采用国际标准时进行了修改。这些技术性差异用垂直线标识在它们所涉及条款的页边右侧空白处,并在附录 A 中给出了技术性差异及其原因一览表以供参考。

本部分的附录 A 为资料性附录。

为便于使用,本部分还做了下列编辑性修改：

- a) “本国际标准”改为“本标准”；
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；
- c) 删除国际标准的前言；
- d) 删除国际标准的附录 A,将其内容穿插在本标准相关章节中。

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：国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)。

本部分主要起草人：耿謨、姚晨之。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——QB 763—1980；

——GB/T 9984.3—1988。

工业三聚磷酸钠 离子交换柱色谱法 分离测定不同形式的磷酸盐

1 范围

本标准规定了分离和测定工业用三聚磷酸钠(三磷酸五钠)中的不同形式磷酸盐的离子交换柱色谱法。

本标准适用于测定正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐和三偏磷酸盐的含量,也适用于在无四偏和五偏磷酸盐存在时估计多聚磷酸盐的总含量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 9984.2 工业三聚磷酸钠 总五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法(eqv ISO 3357:1975)

3 原理

将工业三聚磷酸钠中的各种磷酸盐吸附在强碱性阴离子交换树脂柱上,利用其对树脂的亲合力不同,用递增浓度的氯化钾溶液洗提,使其按正、焦、三聚、三偏磷酸盐的顺序流出,测定相应洗提液中的五氧化二磷,计算各种磷酸盐的含量。

4 仪器

常用实验室仪器和

- 4.1 离子交换柱,玻璃管内径 10 mm,长 400 mm,管底收缩,配一玻璃活塞(25 mL 滴定管可适用),见图 1;
- 4.2 分液漏斗,125 mL,固定在铁环上与交换柱顶部连接;
- 4.3 玻璃棉;
- 4.4 烧杯,400 mL;
- 4.5 玻璃过滤坩埚,烧结玻璃板孔径 $4\ \mu\text{m}\sim 10\ \mu\text{m}$;
- 4.6 硬质玻璃试管, $\phi 25\ \text{mm}\times 200\ \text{mm}$;
- 4.7 水浴锅,可控于微沸;
- 4.8 分光光度计,波长范围 350 nm~800 nm。

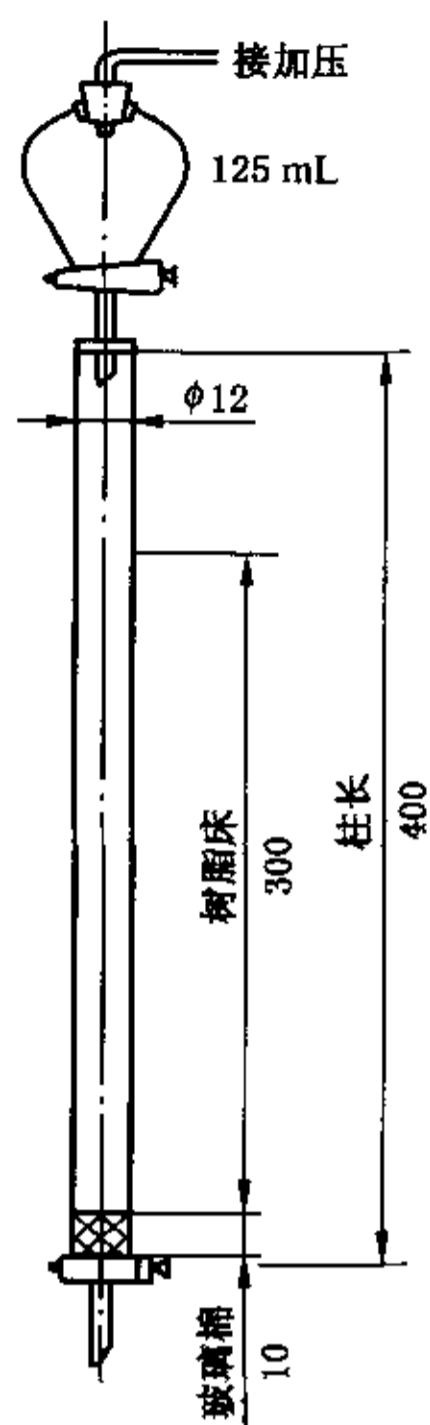


图 1 离子交换柱

5 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 离子交换树脂,强碱性阴离子型,氯型,粒度 0.07 mm~0.16 mm;在 4 mol/L 盐酸溶液中浸泡一周,用水以倾泻法洗至洗液澄清,保存于水溶液中备用。

5.2 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/T 693)和 46 mL 冰乙酸(GB/T 676)于水中,用水稀释至 1 000 mL。

5.3 钼酸铵-硫酸溶液(7.2 g/L):溶解 7.2 g 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ (GB/T 657)于水中,加入 400 mL 浓度为 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=10$ mol/L 的硫酸(GB/T 625),用水稀释至 1 000 mL。此溶液中硫酸浓度为 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=4$ mol/L,每升中含三氧化钼(MoO_3)约 6 g。

5.4 抗坏血酸,25 g/L 溶液,每隔(2~3)天重配。

5.5 盐酸(GB/T 622),约 2 mol/L 溶液。

5.6 氯化钾(GB/T 646),0.15 mol/L、0.25 mol/L、0.50 mol/L 和 0.75 mol/L 溶液,每种溶液 1 L 中含缓冲溶液(5.2)10 mL。

5.7 标准五氧化二磷溶液(每 1 mL 含 1.00 mg P_2O_5):将磷酸二氢钾(KH_2PO_4) (GB 1274)在 110℃ 烘 2 h,在干燥器中冷却后称取 1.917 g(准至 0.000 5 g),加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.8 标准五氧化二磷使用溶液(每 1 mL 含 10 μg P_2O_5):准确吸取 10.0 mL 五氧化二磷标准溶液(5.7)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6 程序

6.1 准备工作

6.1.1 离子交换柱的准备

将离子交换柱(4.1)固定在架子上,关上活塞,在柱子底部填 1 cm 厚的玻璃棉,倒入约 10 mL 水浸湿。将树脂(5.1)倒入柱内,使树脂床高为 30 cm,用盐酸(5.5)浸设备用。用前按树脂再生步骤中使用

前的处理过程处理后,即可进样。

6.1.2 树脂的再生

每次样品洗脱分离完毕,用盐酸(5.5)200 mL 流过树脂床且浸泡过夜使树脂再生。使用前使50 mL盐酸(5.5)流过柱子,关闭交换柱活塞,将柱充满水,塞上橡皮塞,倒转几次使树脂松动,排出空气泡。将柱竖直固定在架上,用水先慢速洗树脂,然后以5.5 mL/min~6.0 mL/min 流速洗至流出液的pH 值为4.5~5.0(用水约80 mL)。维持液面高于树脂层1 cm,关闭交换柱和分液漏斗的活塞,备用。

离子交换柱树脂床中不能有气泡;每次分离完毕,树脂必须再生;在再生树脂和分离样品的全过程中要保持柱中液面高出树脂层约1 cm,不能流干。

6.1.3 当树脂批号或交换柱参数改变时,需按(6.1.5)选择最佳分离条件的程序,用已知组成的样品,选用合适的洗提溶液,核对离子交换柱色谱分离的准确性。

6.1.4 标准曲线的制作

准确吸取标准五氧化二磷使用溶液(5.8)0、2、4、6、8、10、15、20、25 mL,分别移入硬质玻璃试管(4.6)中,加水稀释至25 mL,加入钼酸铵-硫酸溶液(5.3)10 mL,抗坏血酸溶液(5.4)2 mL,在沸水浴(4.7)中加热至少30 min,保证水解完全。冷却至室温,分别移入100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用分光光度计(4.8)在650 nm 处,以2 cm 比色池用水作参比测定系列溶液的吸光度。以各溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度得到的净吸光度(A)为横坐标,五氧化二磷含量(μg)为纵坐标绘制标准曲线。

注:标准五氧化二磷使用溶液0 mL 作为空白试验溶液。

6.1.5 选择最佳色谱分离条件

三聚磷酸钠样品中各种磷酸盐的彼此分离与离子交换树脂的性能、交换柱参数、树脂床高、洗脱液浓度、pH 值和流速等因素有关。

在选定离子交换柱以后,装入处理好的树脂,然后按测定程序称样,制备试样溶液,进样,加入洗脱溶液,每5 mL 流出液收作一份,按6.1.4 分别测定吸光度,绘制流出曲线,从而确定最佳分离条件。本标准选用内径10 mm 柱,树脂床高300 mm,柱流速5.5 mL/min~6.0 mL/min,用0.15 mol/L 氯化钾溶液70 mL、0.25 mol/L 氯化钾溶液90 mL、0.50 mol/L 氯化钾溶液90 mL、0.75 mol/L 氯化钾溶液70 mL 依次洗脱正、焦、三聚、三偏磷酸盐。如图2所示。

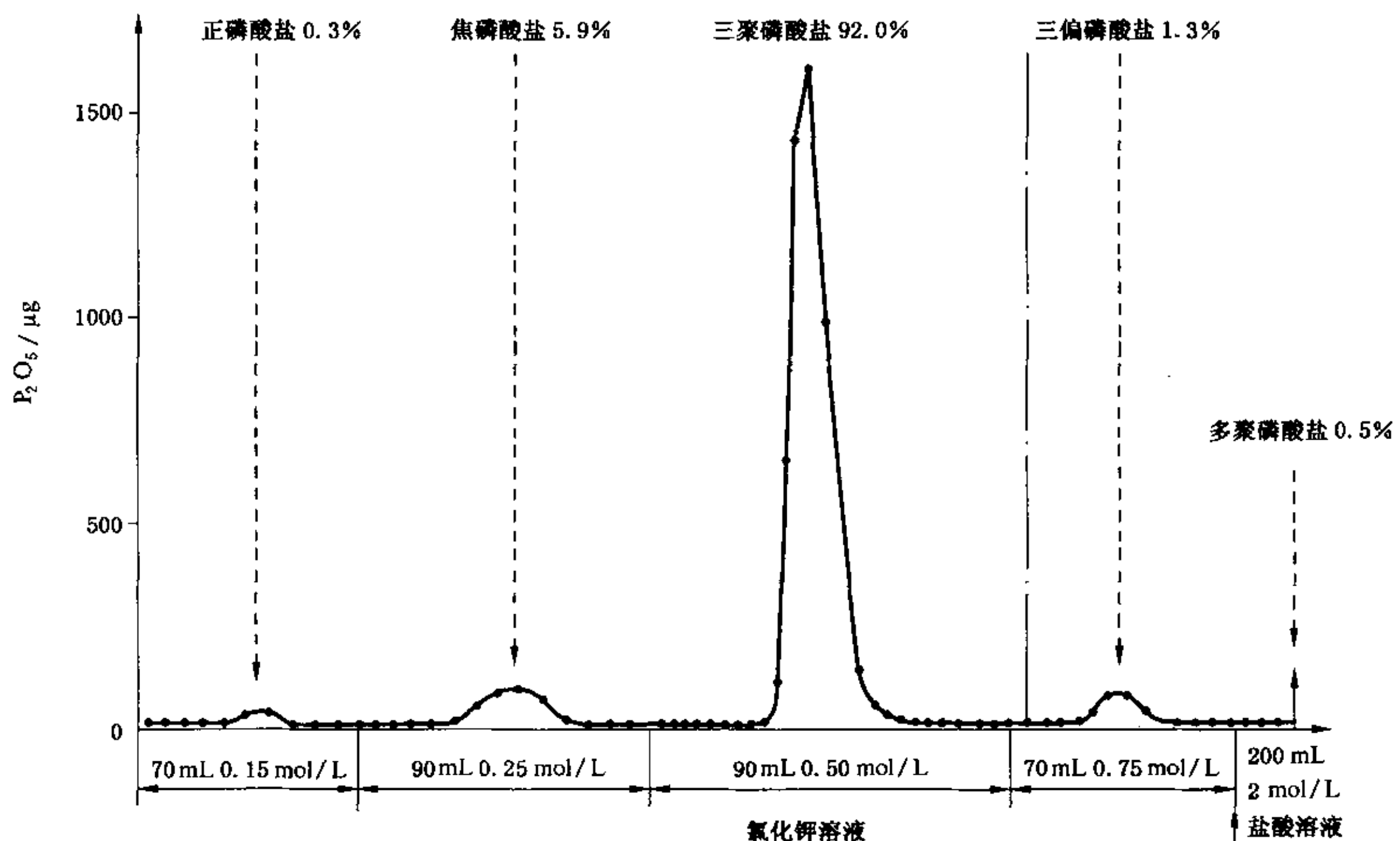


图2 测定洗提条件的示范图

6.2 分离

6.2.1 试验溶液的配制

称取 1 g 试样(精确到 0.000 2 g),加水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 缓冲溶液(5.2),用水稀释至刻度,混匀(若混浊需过滤)。

6.2.2 色谱分离

准确吸取 10 mL 试样溶液于交换柱上端的分液漏斗中,打开分液漏斗和交换柱的活塞,使试液流入树脂床,用 0.15 mol/L 氯化钾溶液(5.6)10 mL 冲洗分液漏斗,再加 0.15 mol/L 氯化钾溶液(5.6)60 mL,控制流速 5.5 mL/min~6.0 mL/min,洗提分离正磷酸盐组分,收集于 100 mL 容量瓶中;用 0.25 mol/L 氯化钾溶液(5.6)90 mL 洗提分离焦磷酸盐组分,收集于 250 mL 容量瓶中;用 0.50 mol/L 氯化钾溶液(5.6)90 mL 洗提分离三聚磷酸盐组分,收集于 400 mL 烧杯(4.4)中;用 0.75 mol/L 氯化钾溶液(5.6)70 mL 洗提分离三偏磷酸盐组分,收集于 100 mL 容量瓶中。

6.3 测定各洗出液中五氧化二磷含量

6.3.1 正、焦和三偏磷酸盐流出液的测定

将正、焦和三偏磷酸盐流出液分别用水稀释至刻度,混匀。分别取 25 mL 按 6.1.4 条加入钼酸铵-硫酸溶液(5.3)10 mL 及其后相同程序测定各组分溶液的吸光度,由标准曲线查得五氧化二磷的含量,计算该组分的五氧化二磷总量(g)。

6.3.2 三聚磷酸盐流出液的测定

用全部流出液,按照 GB/T 9984.2 测定五氧化二磷含量(g)。

7 结果计算

工业三聚磷酸钠中各种形式磷酸钠的含量以质量分数 w_X 表示,按下式计算:

$$w(X)(\%) = \frac{m_i}{m_n} \times F_i \times 100$$

式中:

m_i ——由 i 种流出液中测得的五氧化二磷质量, g;

m_n ——试验份(6.2.1)的质量, g;

F_i ——从五氧化二磷计算相应磷酸钠的换算系数,分别如下:

正磷酸钠(Na_2HPO_4) $F_i=2.000$

焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) $F_i=1.873$

三聚磷酸钠($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) $F_i=1.728$

三偏磷酸钠 $[(\text{NaPO}_3)_3]$ $F_i=1.437$

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后一位作为测定结果。

8 精密度

在重复性条件下获得的三聚磷酸钠组份两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5%,以大于 0.5% 的情况不超过 5% 为前提。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 所用的参考方法;
- 结果和所用的表示方法;
- 测定过程中出现的任何异常现象;
- 本标准未包括的任何操作或自选操作;
- 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 3358:1979 技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 3358:1979 的技术性差异及其原因一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 3358:1979 技术性差异及其原因

本标准章 条编号	本标准	ISO 章 条编号	ISO 3358:1979	原 因
4.1 6.1.1	离子交换柱内径 10 mm,树脂 柱床装填高度 300 mm。	6.1 7.1	离子交换柱内径 12 mm,树脂 柱床装填高度 240 mm。	可使分离峰不拖尾。
6.1.5	洗提液的浓度及用量为: 0.15 mol/L,用量为 70 mL; 0.25 mol/L,用量为 90 mL; 0.50 mol/L,用量为 90 mL; 0.75 mol/L,用量为 70 mL。		洗提液的浓度及用量为: 0.25 mol/L,用量为 110 mL; 0.50 mol/L,用量为 80 mL; 0.75 mol/L,未定量。	经回收实验证明,可得到分离良好的各组分,而 ISO 3358 有拖尾现象。
6.2.2	洗提液流速 5.5 mL/min ~ 6.0 mL/min。	7.3.2	洗提液流速 2.5 mL/min ~ 3.0 mL/min。	用 ISO 3358 流速太慢,且组分分离不如本标准,还存在拖尾现象。
8	增加对主组分“三聚磷酸钠” 的重复性要求。	—	无	使标准更科学严密。