



中华人民共和国国家标准

GB/T 12008.4—2009
代替 GB/T 12008.4—1989

塑料 聚醚多元醇 第4部分：钠和钾的测定

Plastics—Polyether polyols—
Part 4: Determination of sodium and potassium

2009-06-15 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 12008《塑料 聚醚多元醇》共分为 7 个部分：

- 第 1 部分：命名系统；
- 第 2 部分：规格；
- 第 3 部分：羟值的测定；
- 第 4 部分：钠和钾的测定；
- 第 5 部分：酸值的测定；
- 第 6 部分：不饱和度的测定；
- 第 7 部分：黏度的测定。

本部分为 GB/T 12008 的第 4 部分，代替 GB/T 12008.4—1989《聚醚多元醇中钠和钾测定方法》。

本部分与 GB/T 12008.4—1989 相比主要变化：

- 更改了标准名称；
- 增加了试料质量(1989 年版的 6.1, 本版的 7.1)；
- 灰分定容体积增大(1989 年版的 6.4, 本版的 7.2)；
- 增加了附录 A, 钠和钾的测定——溶液法, 以供参考。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会塑料树脂通用方法和产品分会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本部分负责起草单位：江苏省化工研究所有限公司、中国石化集团资产管理有限公司上海高桥分公司。

本部分参加起草单位：中国石化集团资产管理有限公司天津石化分公司、江苏钟山化工有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分主要起草人：刘蓉、陆巍、徐一东、周琴楠、戚莉、杜新蕾、王建东。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12008.4—1989。

塑料 聚醚多元醇

第4部分：钠和钾的测定

1 范围

1.1 GB/T 12008 的本部分规定的试验方法适用于钠和钾含量在 0~10 mg/kg 各种多元醇中钠和钾的测定。多元醇中钠和钾的含量高时,可以用下述方法中的一种或几种改进后测定:

- 减少称样量;
- 稀释灰分溶液;
- 工作曲线延伸至更高的浓度。

1.2 本部分未涉及与使用有关联的任何安全问题。在使用前,使用者有责任建立适宜的安全和健康措施并确定管理限制的适用范围。特别需要的注意事项见第6章。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 12008 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 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样灰化后,用火焰光度计测定。

4 仪器

- 4.1 火焰光度计。
- 4.2 分析天平:精确至 0.1 mg。
- 4.3 聚乙烯瓶:500 mL。
- 4.4 铂皿。
- 4.5 调温电炉。
- 4.6 马弗炉。
- 4.7 容量瓶:50 mL。

5 试剂

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。试验用水应符合 GB/T 6682—2008 中二级水规格。

5.1 钾标准储备液和标准溶液:

按 GB/T 602—2002 制备钾(0.1 mg/mL)标准储备液;

用 0.1 mg/mL 的钾标准储备液制备 1 mg/L、2 mg/L、3 mg/L、5 mg/L 钾标准溶液,贮存在聚乙烯瓶中。

5.2 钠标准储备液和标准溶液：

按 GB/T 602—2002 制备钠(0.1 mg/mL)标准储备液；

用 0.1 mg/mL 的钠标准储备液制备 1 mg/L、2 mg/L、3 mg/L、5 mg/L 钠标准溶液，贮存在聚乙烯瓶中。

6 注意事项

整个过程中要特别注意避免污染。环境应无灰尘和烟雾。在样品附近加热敞口的钙、钠和钾的盐溶液会严重影响检测结果。手指不能接触溶液和容器的内壁。所有容器使用前应该用装在密闭的耐化学物质的玻璃或聚乙烯瓶中的新制备的水冲洗。由于使用后进入洗瓶中的空气能轻易地引入钠和钾，挤压式聚乙烯洗瓶中的水应经常更换。滤纸能吸收或释放出钠离子，分析过程中不能使用滤纸。样品灰分溶液应在制备的当天在火焰光度计上读取数据。容量瓶应盖上玻璃塞。铂皿应彻底清洗，内表面应有光泽和光滑，并专用于这一分析。由于许多多元醇易吸湿，制样过程中要小心，尽量减少暴露在大气湿气中。

7 样品灰化

7.1 称取(20±0.1)g 试料于铂皿(4.4)中，用调温电炉(4.5)小心加热，避免试料产生的泡沫溅出来。如果试料挥发性低，可将试料点燃并允许有少量白色蒸气的小火焰。

样品呈焦炭状后(约 40 min)，在铂皿上方将其点燃。将热源移开，让残留物烧尽。将铂皿放入 525℃~550℃ 马弗炉(4.6)中(高于 550℃ 钠或钾会损失)烧至灰烬不含碳。

注：有些产品的含碳的残渣可能阻碍其在马弗炉中的氧化。如果 60 min 后碳颗粒还没有消失，向冷却的残渣中加入几滴浓硫酸，缓慢小心地加热酸化的残渣到无白色烟雾，放回马弗炉。一次酸处理通常会将灰分中的碳颗粒分解掉。如果需要酸处理，用同样量的酸做空白。

将铂皿从马弗炉中取出，在干燥器中冷却至室温。

7.2 每次用 10 mL 热水，共四次溶解灰分定量转移到淋洗过的容量瓶(4.7)中。室温下用水稀释定容，摇匀。

8 火焰光度计的调节

根据仪器说明书规定调节仪器。

9 钠的测定

9.1 工作曲线

9.1.1 用新制备的空白水清洗装样品的容器后加上水，用来校正背景。

9.1.2 用 5 mg/L 的钠标准溶液清洗并加满装样品的容器。

9.1.3 向火焰中喷空白水 15 s，用于背景校正。调节“调零”钮，使读数为零。光源稳定大约需要 15 s。

9.1.4 喷 5 mg/L 的钠标准溶液，调节“增益”钮，选定合适的灵敏度。在检测过程中不要改变这一灵敏度。

9.1.5 将钠溶液移开，喷空白水。

9.1.6 喷 1 mg/L、2 mg/L、3 mg/L 的钠标准溶液，读取读数。

9.1.7 做出读数对钠(mg/L)的工作曲线。

9.2 步骤

9.2.1 用空白水清洗雾化器，测定含试料灰分的溶液。记下读数。如果读数超过 5 mg/L 钠标准溶液的读数，用整数倍的水进一步稀释直到读数在 5 mg/L 钠标准溶液的读数 50% 左右。

9.2.2 将溶液移开，测平行样中的另一个样。如前读数。

9.2.3 如果差值较大,重新制备试料灰分溶液,按 9.2.1 和 9.2.2 测定,直到得到满意的结果。

9.2.4 将溶液移开,喷空白水。

如果当天样品检测过程中拖延时间很长,需重新核对标准曲线中的一个点,确保仪器没有变化。

9.2.5 试验结束,用空白水彻底清洗雾化器。30 s 后首先关闭燃气阀门,当火焰熄灭后关闭空气阀门,关闭仪器。

9.3 结果的计算与表示

从读数对钠(mg/L)的工作曲线上查出钠含量(mg/L),按式(1)计算试样中钠含量,单位为毫克每千克(mg/kg):

$$w(\text{Na}) = A_{\text{Na}} \times 2.5 \times F \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_{Na} ——从工作曲线上查到的钠的含量,单位为毫克每升(mg/L);

2.5——方法的稀释倍数;

F ——溶液进一步稀释的稀释因子。

9.4 精密度

以下数据可用于判定结果是否可以接受(95%置信度)。

9.4.1 重复性:同一检测人员的平行结果之差不应大于 0.5 mg/kg。

9.4.2 再现性:一个实验室的检测结果的平均值与另一试验室的结果之差不应大于 2.0 mg/kg。

10 钾的测定

10.1 工作曲线

用钾标准溶液代替钠标准溶液,按 9.1 所述做钾的工作曲线。

10.2 步骤

按 9.2 所述测试料灰分溶液。

10.3 结果的计算与表示

从读数对钾(mg/L)的工作曲线上查出钾含量(mg/L),按式(2)计算试样中钾含量,单位为毫克每千克(mg/kg):

$$w(\text{K}) = A_{\text{K}} \times 2.5 \times F \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_{K} ——从工作曲线上查到的钾的含量,单位为毫克每升(mg/L);

2.5——方法的稀释倍数;

F ——溶液进一步稀释的稀释因子。

10.4 精密度

以下数据可用于判定结果是否可以接受(95%置信度)。

10.4.1 重复性:同一检测人员的平行结果之差不应大于 0.5 mg/kg。

10.4.2 再现性:一个实验室的检测结果的平均值与另一试验室的结果之差不应大于 2.0 mg/kg。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 标明引用本部分;
- b) 完整鉴别样品所需的所有细节;
- c) 检测结果,钠和钾含量的平均值,单位为 mg/kg,准确至 0.1 mg/kg;
- d) 本部分未规定的可能对结果产生影响的任何因素和细节;
- e) 试验日期。

附录 A

(资料性附录)

钠和钾的测定——溶液法

A.1 试剂

分析方法中,除非另有说明,仅使用分析纯试剂。试验用水应符合 GB/T 6682—2008 中二级水规格。

A.1.1 70%的乙醇溶液:700 mL 无水乙醇和 300 mL 水混合。

A.1.2 钾标准储备溶液(1 mL 含 0.1 mg 钾):按 GB/T 602—2002 制备钾标准储备液。

A.1.3 钠标准储备溶液(1 mL 含 0.1 mg 钠):按 GB/T 602—2002 制备钠标准储备液。

A.1.4 无钠和钾的聚醚多元醇。

A.1.5 钾标准溶液的配制

用移液管准确吸取 0 mL、0.5 mL、1 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL 钾储备液(A.1.2)于 100 mL 容量瓶中,分别加入无钠和钾的聚醚多元醇(A.1.4)(5 ± 0.01)g,用 70%乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,贮存在聚乙烯瓶中。上述溶液分别含 0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、3.00 mg/L、5.00 mg/L、7.00 mg/L、10.0 mg/L 钾。

A.1.6 钠标准溶液的配制

用移液管准确吸取 0 mL、0.5 mL、1 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL 钠储备液(A.1.3)于 100 mL 容量瓶中,分别加入无钠和钾的聚醚多元醇(A.1.4)(5 ± 0.01)g,用 70%乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,贮存在聚乙烯瓶中。上述溶液分别含 0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、3.00 mg/L、5.00 mg/L、7.00 mg/L、10.0 mg/L 钠。

A.2 仪器

A.2.1 火焰光度计。

A.2.2 分析天平:精确至 0.1 mg。

A.2.3 容量瓶:1 000 mL、100 mL、50 mL。

A.2.4 聚乙烯瓶:100 mL、1 000 mL。

A.3 钠的测定

A.3.1 钠工作曲线的绘制

A.3.1.1 接好电源,调节助燃气和燃气的流量,确定最佳火焰高度,按仪器说明书进行预热、调零等操作,使仪器达到可供测定条件。

A.3.1.2 用钠标准溶液(A.1.6)中最高浓度的溶液(10.0 mg/L)按所用火焰光度计说明书要求进行操作。使读数不超过仪器的最大读数。

A.3.1.3 反复用(A.1.6)中钠的浓度为“0”的储备液洗涤喷雾器,至仪器读数接近于零。

A.3.1.4 再依次用钠标准溶液从低浓度到高浓度进行喷雾燃烧,测定各自的读数,以读数为纵坐标,钠的浓度为横坐标,绘制工作曲线。

A.3.2 样品的测定

A.3.2.1 准确称取(5 ± 0.01)g 聚醚多元醇样品于 50 mL 容量瓶中,加入 30 mL 的 70%乙醇溶液使样品完全溶解,再用 70%乙醇溶液稀释至刻度,摇匀,待测定用。

A.3.2.2 重复(A.3.1.3)作零点校正,再测定样品,记下读数。如果读数超过 10.0 mg/L 钠标准溶液的读数,用整数倍的 70%乙醇溶液稀释样品直到读数在 10 mg/L 钠标准溶液的读数 50%左右。

A.3.2.3 在工作曲线上由样品的读数查出的相应钠的浓度为 c_1 (mg/L)。

A.4 钾的测定

A.4.1 钾工作曲线的绘制

按照(A.3.1)中钠的步骤作钾的工作曲线。

A.4.2 样品的测定

按照(A.3.2)中钠的步骤测样品中钾的读数,在工作曲线上由样品的读数查出相应钾的浓度为 c_2 (mg/L)。

A.5 测定结果的表示与计算

A.5.1 样品中钠含量 X_1 (mg/kg)按式(A.1)计算:

$$X_1 = c_1 \times \frac{50}{m} \quad \text{.....(A.1)}$$

式中:

X_1 ——钠的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——在工作曲线上由样品的读数查出的相应钠的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

A.5.2 样品中钾含量 X_2 (mg/kg)按式(A.2)计算:

$$X_2 = c_2 \times \frac{50}{m} \quad \text{.....(A.2)}$$

式中:

X_2 ——钾的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_2 ——在工作曲线上由样品的读数查出的相应钾的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

A.5.3 测定结果以两个结果的算术平均值表示。

A.6 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 标明引用本部分;
- b) 完整鉴别样品所需的所有细节;
- c) 检测结果,钠和钾含量的平均值,单位为 mg/kg,精确至 0.1 mg/kg;
- d) 本部分未规定的可能对结果产生影响的任何因素和细节;
- e) 试验日期。