ICS 71.100
分类号：G 71
备案号：12501-2003

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 1768－2003
代替 QB/T 1768－1993

洗涤剂用4A沸石

4A Zeolite for detergents

2003-09-13 发布　　2003-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会　发布

前　言

本标准是对 QB/T 1768－1993《洗涤剂用 4A 沸石》的修订。

本标准与 QB/T 1768－1993 相比主要变化如下：

——取消了理化性能分级；

——修订了钙交换能力的试验方法；

——修订了灼烧失量的试验方法；

——增加了平均粒径指标；

——增加了松密度指标；

——增加了休止角指标；

——增加了 Al^{3+}（干基）指标；

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 均为规范性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本标准起草单位：中国铝业公司山东分公司化学品氧化铝公司、中国日用化学工业研究院。

本标准主要起草人：赵善雷、王治儿。

本标准于 1993 年首次发布，本次为第一次修订。

本标准自实施之日起，代替 QB/T 1768－1993《洗涤剂用 4A 沸石》。

洗 涤 剂 用 4A 沸 石

1 范围

本标准规定了洗涤剂用 4A 沸石的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于多种工艺生产的洗涤剂用 4A 沸石，不适用于其他用途的 4A 沸石。

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 601－2002　化学试剂　标准滴定溶液的制备

GB/T 6368　表面活性剂　水溶液 pH 值的测定　电位法

GB/T 11986　表面活性剂　粉体和颗粒休止角的测量

GB/T 13175　粉状洗涤剂表观密度的测定（给定体积称量法）

GB/T 13176.1　洗衣粉白度的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

灼烧失量　ignition loss

4A 沸石在高温灼烧下质量减少的百分数。

3.2

平均粒径　average particle size

由不同粒度的 4A 沸石颗粒组成的粒群的粒径平均值。

3.3

粒度分布　particle size distribution

各不同颗粒度的粒群占总量的百分数。

3.4

松密度　bulk density

在标准条件下，占据单位体积的粉末或微粒状物质的质量，常表示为 g/mL。

4 要求

4.1 外观

白色无味、无异物、无结块的微细粉末。

4.2 化学组成

洗涤剂用 4A 沸石是一种结晶型铝硅酸钠，化学组成为：$Na_{96}[(AlO_2)_{96}\cdot(SiO_2)_{96}]\cdot 216H_2O$。

4.3 晶型

4A 型沸石的晶胞是由 8 个 β 笼通过四元环相互联结而形成的 α 笼，其晶型鉴定按附录 A 进行。

4.4 理化性能

洗涤剂用4A沸石的理化性能指标应符合表1规定。

表1 洗涤剂用4A沸石理化性能

项目			指标
钙交换能力（mg $CaCO_3$ / g-干基）		≥	295
粒度	平均粒径，μm	≤	3
	≤4μm，%	≥	90
	≥10μm，%	≤	1
白度（$W=Y$），%		≥	95
pH（1%溶液，25℃）		≤	11.0
灼烧失量（800℃，1h），%		≤	22
Al^{3+}（干基），%		≥	18
松密度，mg/mL		≤	500
休止角，（°）		≤	65

5 试验方法

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 灼烧失量的测定

5.1.1 原理

4A沸石在800℃高温下失去全部水分，根据灼烧前后质量的变化，计算出灼烧失量。

5.1.2 仪器

a) 高温炉，能自动控温于（800±10）℃；

b) 瓷坩埚，30mL；

c) 干燥器，内盛硅胶干燥剂。

5.1.3 称样

称取试样1g（称准至0.1mg）于已恒重的瓷坩埚［5.1.2 b)］中，共两份，用于平行测定灼烧失量。

5.1.4 测定

将已称试样的瓷坩埚置于高温炉中，待温度上升至（800±10）℃时开始计时，灼烧1h，断电降温，取出坩埚置于干燥器中继续冷却至室温，称量，精确至0.1mg。

灼烧失量X以质量百分数表示，按式（1）计算。

$$X(\%)=\frac{m_0-m_1}{m_0}\times 100 \qquad \cdots\cdots (1)$$

式中：

m_0——灼烧前试样质量，g；

m_1——灼烧后试样质量，g。

结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于0.5%，以大于0.5%的情况不超过5%为前提。

5.2 钙交换能力的测定

按附录B的规定测定。

5.3 粒度的测定

按附录 C 的规定测定。

5.4 白度的测定

按 GB/T 13176.1 的规定测定。

结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 0.5%，以大于 0.5%的情况不超过 5%为前提。

5.5 pH 的测定

按 GB/T 6368 的规定测定，仪器精度为 0.02 pH 单位。

称取试样 1.0 g（称准至 0.1 mg），于 100 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，搅拌为悬浊液，在 25℃恒温下搅拌 6 min，然后插入电极并保持搅拌状态，读数。

结果以算术平均值表示至小数点后一位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 0.1 pH 单位，以大于 0.1 pH 单位的情况不超过 5%为前提。

5.6 Al^{3+} 的测定

按附录 D 的规定测定。

5.7 松密度的测定

按 GB/T 13175 的规定测定。

结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 50 mg/mL，以大于 50 mg/mL 的情况不超过 5%为前提。

5.8 休止角的测定

按 GB/T 11986 的规定测定，将测定结果乘以 $\frac{180}{\pi}$ 换算为度。

结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 1.3°，以大于 1.3°的情况不超过 5%为前提。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 型式检验

型式检验项目包括第 4 章规定的全部项目，但化学组成、晶型在正常生产、使用时可不检。在下列情况下应进行型式检验。

a) 正式生产时，原料、工艺、管理等方面（包括人员素质的变化）有较大改变，或设备改造可能影响产品质量时；

b) 正常生产时，应定期进行型式检验，一般情况每月一次；

c) 长期停产后恢复生产时；

d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；

e) 国家行业管理部门和质量监督机构提出进行型式检验时。

6.1.2 出厂检验

出厂检验项目包括 4.4 中除松密度、休止角以外的全部项目。

6.2 产品组批与抽样规则

6.2.1 产品按批交付及抽样验收，一次交付的同一规格、同一批号的产品为一交付批。

生产单位交付的产品，应先经其质量检验部门按本标准检验，符合本标准并出具产品质量检验合格证书，方可出厂。产品质量检验合格证书应包括：生产厂商名称、产品名称、商标、本标准编号、批号、批量、质量指标、生产日期等。

收货方凭产品质量检验合格证书验收，必要时可按下述规定在一个月内抽样验收或仲裁。

6.2.2 取样

收货方验收、仲裁检验所需的样品，应根据批量大小按表2确定样本大小，交收双方会同在交货地点从交付批中随机抽取袋样本。

表2 批量和样本大小 袋

批　量	1～15	16～25	26～90	91～150	151～500	501～1 200	1 201 以上
样本大小	2	3	5	8	13	20	32

采样时用采样器自包装袋中心插入四分之一处采集样品，每个样本袋中采样量应相近，样品应迅速置于具塞样品瓶中，并加塞，采样总量不小于2kg。

将采取的样品按四分法混匀并缩分至1.5kg，分装于三个清洁、干燥的容器中，签封。标签上应注明产品名称、产品批号及数量、生产单位、样品编号、采样日期、采样人。交收双方各持一份进行检验，第三份由交货方保管，备仲裁检验用，保管期为三个月。

6.3 判定规则

检验结果按修约值比较法判定合格与否。如理化指标有一项不合格，可重新取两倍袋样本采取样品对不合格项进行复检，复检结果仍不合格，则判该批产品不合格。

交收双方因检验结果不同，如不能取得协议时，可商请仲裁检验，仲裁结果为最后依据。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 包装物应有下列标志：

a) 产品名称、商标、采用标准编号；

b) 批号或生产日期；

c) 净含量；

d) 有防水防潮等文字或标记；

e) 生产单位名称、地址和联系电话等。

7.1.2 包装物上印刷的标志（图案及文字）应清晰美观、无脱色。

7.2 包装

用内衬塑料薄膜的编塑袋包装，包装净含量应符合标称质量。

7.3 运输

运输过程中应防止日晒、雨淋、受潮，轻装轻卸，避免包装袋破损。

7.4 贮存

产品应贮存在干燥、洁净的库房内，如需在露天存放时，堆垛要垫离地面10cm以上，垛高以不超过支撑物的最大载荷为限，并加遮盖物以防晒、防雨、防潮、防破损。

附 录 A
（规范性附录）
4A 沸石晶型鉴定（X 射线衍射法）

A.1 检测条件

Cu 靶，40kV，25mA，石墨单色器，扫描速度 4°/min，扫描范围 $2\theta=3°\sim40°$。

A.2 制样

称取待测样品 1g，置入已恒温至 105℃的烘箱中，烘干 3h，然后置入底部盛有饱和氯化铵溶液的恒湿器中，充分吸湿 18h 以上备用。

A.3 测定

按照 X 射线衍射仪的操作规程及选定的检测条件测定样品，得到样品的 X 射线衍射图谱或 $2\theta\sim d$ 值。

A.4 判定

将 X 射线衍射图谱或 $2\theta\sim d$ 值，与国际粉末衍射标准联合会（Joint Committee on Diffraction Standards）出版的《Powder Diffraction File》中的 11-590 号卡片比对，如果相符，则判定样品为 4A 沸石；如果个别峰值不符，则查出可能对应的杂相类型。

附 录 B
（规范性附录）
洗涤剂用 4A 沸石钙交换能力的测定

B.1 洗涤剂用 4A 沸石钙交换能力的测定 吸湿水量法（仲裁法）

B.1.1 原理

定量的钙溶液与 4A 沸石在一定的控制条件下充分反应，剩余的钙以钙指示剂（NN）指示，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液滴定。当 pH 大于 12.5 时，钙离子（Ca^{2+}）与钙指示剂生成酒红色的络合物（见反应式）。以 EDTA 溶液滴定此溶液时，原来和钙指示剂络合的钙离子逐渐被 EDTA 所夺取，当溶液中全部钙离子被 EDTA 络合后，游离出钙指示剂，溶液呈指示剂本身的蓝色，即表示到达终点。

$$NN + Ca^{2+} \rightarrow Ca\text{-}NN \text{（酒红色）}$$

$$EDTA + Ca\text{-}NN \rightarrow Ca\text{-}EDTA + NN \text{（蓝色）}$$

由此测出剩余钙离子的量，换算出沸石的钙交换能力。

B.1.2 试剂

B.1.2.1 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）（GB/T 1401），c（EDTA）＝0.01 mol/L 标准滴定溶液

按 GB/T 601－2002 中 4.15 配制并标定 c（EDTA）＝0.1 mol/L EDTA 溶液，临用前再稀释 10 倍得 0.01 mol/L EDTA 标准滴定溶液（必要时重新标定）。

B.1.2.2 氯化钙，c（$CaCl_2$）＝0.05 mol/L 标准溶液

a) 配制：称取无水氯化钙 5.6 g（称准至 0.001 g），用水溶解并稀释至 1 000 mL；

b) 标定：用移液管吸取此溶液 20 mL 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，2.5 mol/L 氢氧化钠 2 mL 和少许钙指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液（B.1.2.1）滴定之，由酒红色至蓝色为终点；

c) 计算：氯化钙标准溶液浓度以 c_0 表示，按式（B.1）计算。

$$c_0 = \frac{c_1 \times V_1 \times 5}{20} \qquad \text{（B.1）}$$

式中：

c_0——氯化钙（$CaCl_2$）标准溶液浓度，mol/L；

c_1——EDTA 标准滴定溶液（B.1.2.1）浓度，mol/L；

V_1——标定时，耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL。

B.1.2.3 氢氧化钠（GB/T 629），c（NaOH）＝2.5 mol/L 溶液

称取氢氧化钠 10 g 溶解并定容至 100 mL。

B.1.2.4 氢氧化钠（GB/T 629），c（NaOH）＝0.5 mol/L 溶液

称取氢氧化钠 2 g 溶解并定容至 100 mL。

B.1.2.5 钙指示剂

a) 2-羟基-1-（2-羟基-4 磺基-1-萘基偶氮）-3-萘甲酸钠盐（钙试剂羧酸钠）；

b) 氯化钠（GB/T 1266）；

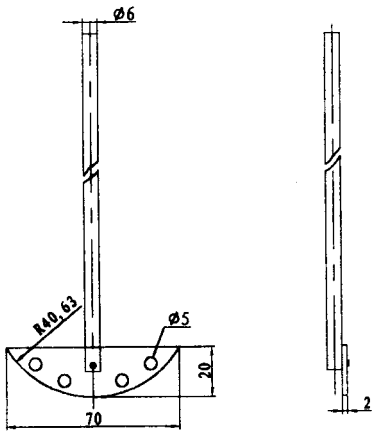
c) 钙指示剂的配制：将上述 a 物质 1 份与 b 物质 100 份研磨混匀。

B.1.3 仪器

普通实验室仪器和

a) 恒温水浴，能自动控温于（35±1）℃；

b) 色层定量滤纸，中速，ϕ150 mm 或 150 mm×150 mm；
c) 三口烧瓶，1 000 mL；
d) 高温炉，能自动控温于(800±10)℃；
e) 恒湿器，用干燥器，底部盛放饱和氯化铵溶液（相对湿度约 80%）；
f) 搅拌器，见图 B.1；
g) 瓷坩埚，30 mL；
h) 干燥器，内盛硅胶干燥剂。



注：材质为聚四氟乙烯或不锈钢

图 B.1 搅拌器示意图

B.1.4 试验程序

B.1.4.1 试样准备

用称量瓶或小烧杯等容器取沸石样品 5 g～10 g 在 105℃～110℃烘箱中烘 2 h，然后取出置于恒湿器[(B.1.3 e)]中，充分吸湿 24 h 以上备用（在烘干和吸湿过程中，称量瓶均不盖盖）。

B.1.4.2 测定

a) 试验份

称取经（B.1.4.1）处理的沸石样品 0.5 g 于已恒重的瓷坩埚[B.1.3 g]中，称准至 0.1 mg，共两份，用于测定吸湿水量。同时再称取样品 0.5 g 于滤纸包中，称准至 0.1 mg，相继称取三份，两份用于平行测定钙交换能力，第三份留作必要时复检，测钙交换能力和吸湿水量的试验份应尽快相继称取。

b) 测定吸湿水量

将已称试样的瓷坩埚[B.1.4.2 a)]（盖留缝隙），置于(800±10)℃的高温炉[B.1.3 d)]中，灼烧 6 h，取出放入干燥器[B.1.3 h)]中，冷却至室温，称量，同时做平行样测定。

c) 测定钙交换能力

用移液管吸取 0.05 mol/L 氯化钙（B.1.2.2）50 mL 于 500 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度（或直接用 500 mL 容量瓶取 0.005 mol/L 氯化钙溶液至刻度），并加 0.05 mol/L 的氢氧化钠溶

液（B.1.2.4）数滴[1]使溶液 pH 至 10.2～10.5，然后将此液移入 1 000 mL 三口烧瓶，装上搅拌器、温度计，另一口加塞，放入（35±1）℃恒温水浴中，以大于 700 r/min 且溶液不飞溅的速度搅拌，当溶液达到控制温度时，由三口烧瓶加塞口投入滤纸包试验份[B.1.4.2 a)]，反应 20 min 后，立即用色层定量滤纸（或过滤性能等同的其他滤纸）过滤，如滤液不清可二次过滤，弃去起始部分滤液，然后吸取 50 mL 滤液于 250 mL 锥形瓶中，加入 2.5 mol/L 氢氧化钠溶液（B.1.2.3）2 mL 和钙指示剂（B.1.2.5）少许（约 60 mg～70 mg），用 EDTA 标准滴定溶液（B.1.2.1）滴定至溶液由酒红色变蓝色为终点，记录耗用的 EDTA 标准滴定溶液体积。

B.1.5 结果计算

a) 4A 沸石的吸湿水量 W 以质量百分数表示，按式（B.2）计算。

$$W(\%)=\frac{m_1-m_2}{m_1}\times 100 \qquad \cdots\cdots (B.2)$$

式中：

m_1——灼烧前试样质量，g；

m_2——灼烧后试样质量，g。

结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 0.5%，以大于 0.5%的情况不超过 5%为前提。

b) 4A 沸石的钙交换能力 E 以毫克碳酸钙每克无水沸石表示，按式（B.3）计算。

$$E=\frac{100.08\times(50\times c_0-10\times c_1\times V_E)}{m\times(1-W)} \qquad \cdots\cdots (B.3)$$

式中：

c_0——氯化钙标准溶液（B.1.2.2）的浓度，mol/L；

c_1——EDTA 标准滴定溶液（B.1.2.1）的浓度，mol/L；

V_E——在 B.1.4.2 c)滴定中耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样质量，g；

W——按 B.1.5 a)计算的吸湿水量，%；

100.08——碳酸钙的毫摩尔质量，mg/mmol。

结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 3 mg $CaCO_3$ / g-干基，以大于 3 mg $CaCO_3$ / g-干基 的情况不超过 5%为前提。

B.1.6 注意事项

a) 平行样品的称量要尽量接近；

b) 指示剂放置时间不宜过长。

B.2 洗涤剂用 4A 沸石钙交换能力的测定 灼烧失量法（快速法）

B.2.1 原理

4A 沸石中的 Na^+ 可被 Ca^{2+} 置换，定量的钙溶液与 4A 沸石在一定的控制条件下充分反应，剩余的钙以 EDTA-Cu·PAN 指示剂指示，钙离子（Ca^{2+}）与 EDTA-Cu·PAN 指示剂生成紫红色络合物，以 EDTA 溶液滴定此溶液时，原来与指示剂络合的钙离子逐渐被 EDTA 夺取，当溶液中钙离子全部被 EDTA 络

1) 对每批新配氯化钙溶液（B.1.2.2）或新配氢氧化钠溶液（B.1.2.4），在搅拌状态用 pH 计实测使 0.05 mol/L 氯化钙溶液 500 mL 的 pH 为 10.2～10.5 时所需加入 0.5 mol/L 氢氧化钠的滴数，此后用这批氯化钙溶液或新配氢氧化钠溶液时，加同样滴数的 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液即可（测 pH 时不可用试纸指示）。

合后，游离出 EDTA-Cu·PAN 指示剂，溶液呈指示剂本身的亮黄色，即表示到达终点。根据消耗的 EDTA 标准液的体积测出剩余钙离子的量，从而计算出沸石的钙交换能力。

B.2.2 试剂

B.2.2.1 氨性缓冲溶液，pH＝10

a) 氯化铵（GB/T 658）；

b) 氨水（GB/T 631）；

c) 氨性缓冲溶液配制：称取氯化铵 54 g，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，加氨水 350 mL，以水稀释至刻度，混匀。

B.2.2.2 氢氧化钠（GB/T 629），c（NaOH）＝1 mol/L 溶液

称取氢氧化钠 4.0 g 溶解并定容至 100 mL。

B.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）（GB/T 1401），c（EDTA）＝0.01 mol/L 标准滴定溶液

按 GB/T 601－2002 中 4.15 配制并标定 c(EDTA)＝0.1 mol/L EDTA 溶液，临用前再稀释 10 倍得 0.01 mol/L EDTA 标准滴定溶液（必要时重新标定）。

B.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠铜（EDTA-Cu）溶液，0.01 mol/L

称取硫酸铜（$CuSO_4 \cdot 5H_2O$）（GB/T 665）2.4968 g，用 EDTA 标准滴定溶液（B.2.2.3）约 100 mL 溶解，并转移至 1 000 mL 容量瓶中，用此 EDTA 溶液加至刻度，摇匀。

B.2.2.5 氯化钙，c（$CaCl_2$）＝0.05 mol/L 标准溶液

称取无水氯化钙 5.6 g（称准至 0.001 g），用水溶解并稀释至 1 000 mL。

B.2.2.6 1-（2-吡啶偶氮）-2-萘酚（PAN）（HG/T 3-1008），1 g/L 乙醇溶液。

B.2.3 仪器

普通实验室仪器和

a) 恒温水浴，能自动控温于（35±1）℃；

b) 定量滤纸，中速，ϕ150 mm 或 150 mm×150 mm；

c) 三口烧瓶，1 000 mL；

d) 搅拌器，见图 B.1。

B.2.4 空白滴定

移取 0.05 mol/L 氯化钙溶液（B.2.2.5）50 mL 于 500 mL 容量瓶中，加入定量 1 mol/L 氢氧化钠溶液（B.2.2.2），加水稀释至刻度，混匀，再移取该溶液 50 mL 于 300 mL 锥形瓶中，加水调至约 100 mL，并加乙二胺四乙酸二钠铜溶液（B.2.2.4）1 mL，PAN 指示剂（B.2.2.6）3 滴，氨性缓冲液（B.2.2.1）15 mL，用 EDTA 标准滴定溶液（B.2.2.3）滴定至溶液呈亮黄色为终点，记录耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积（V_0）。

B.2.5 测定

B.2.5.1 称样

与灼烧失量测定步骤同时进行，称取试样 0.5 g 于滤纸包中，称准至 0.1 mg，相继称取三份，两份用于平行测定钙交换能力，第三份留作必要时复检。

B.2.5.2 滴定

用移液管吸取 0.05 mol/L 氯化钙溶液（B.2.2.5）50 mL 于 500 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，加入定量的氢氧化钠溶液（B.2.2.2）调节 pH 至（10.5±0.1），混匀后移入 1 000 mL 三口烧瓶中。将三口烧瓶放入（35±1）℃恒温水浴中，调整搅拌器[B.2.3 d)]转速为 600 r/min～700 r/min，恒温后立即向烧瓶中放入试样（B.2.5.1），反应 20 min 后，取出烧瓶立即用定量滤纸（或其他同等性能滤纸）过滤，弃去起始部分，滤液应清澈透明（如滤液浑浊则弃去重做），用移液管吸取滤液 50 mL 于 300 mL 锥形瓶中，加水至体积为约 100 mL，加 0.01 mol/L EDTA-Cu 溶液（B.2.2.4）1 mL，PAN 指示剂（B.2.2.6）3 滴，氨性缓冲液（B.2.2.1）15 mL，用 EDTA 标准滴定溶液（B.2.2.3）滴至溶液呈亮黄色为终点，记录耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积（V_E）。

4A 沸石的钙交换能力 E 以毫克碳酸钙每克无水沸石表示，按式（B.4）计算。

$$E=\frac{100.08\times10\times c_E\times(V_0-V_E)}{m\times(1-X)} \qquad \text{(B.4)}$$

式中：

c_E——EDTA 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V_0——空白滴定中耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

V_E——试样滴定中耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样质量，g；

X——在 5.1.4 测定中得到的 4A 沸石灼烧失量，%；

100.08——碳酸钙的毫摩尔质量，mg/mmol。

结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 3 mg $CaCO_3$ / g-干基，以大于 3 mg $CaCO_3$ / g-干基 的情况不超过 5%为前提。

B.2.6 注意事项

a) 对每批新配氯化钙标准溶液（B.2.2.5）或新配氢氧化钠溶液（B.2.2.2），应在搅拌状态下用 pH 计实测 0.005 mol/L 氯化钙标准溶液 500 mL 的 pH 等于（10.5±0.1）时所加的氢氧化钠溶液滴数，使用此批氯化钙标准溶液或新配氢氧化钠溶液时，应加同等滴数的氢氧化钠溶液调整 pH。

b) 平行样品的称样量要尽量相近。

附 录 C
（规范性附录）
粒度的测定

C.1 原理

颗粒沉降由 Stokes 公式描述，被测粉体在介质中经超声分散后，制成待测沉降体，通过测量光线透过的强度变化，可测出粉体的粒级分布。

C.2 试剂

a) 六偏磷酸钠（GB/T 1624），1.0 g/L 溶液；
b) 镜头纸。

C.3 仪器

a) 离心式粒度分布分析仪，型号 CAPA-500；
仪器工作环境温度为(20±2)℃，以此仪器按以下程序测出的结果为仲裁分析结果，其他仪器在相同试验条件下，可取得与之比对的相应关系，以求测定结果的统一。
b) 超声波分散器；
c) 真空干燥器，20 cm，30 cm；
d) 电子分析天平，感量 0.1 mg；
e) 称量瓶，ϕ60 mm×35 mm 或ϕ70 mm×35 mm；
f) 烧杯，50 mL，250 mL；
g) 容量瓶，1 000 mL。

C.4 试验程序

C.4.1 试样准备

称取少量试样于 50 mL 烧杯中，加入计算体积的六偏磷酸钠溶液[C.2 a)]，使试样总体浓度恰为 0.04%。然后于 2 mmHg～3 mmHg 真空干燥器中脱气 5 min，再置于超声波分散器[C.3 b)]中分散 5 min，即可置入装样池测定。

C.4.2 测定

依仪器说明书进行操作。

a) 开启仪器后，输入分析参数，包括分散介质的粘度、密度、试样密度、转速(500 r/min)及最大、最小和粒径分档（间隔）(即 D_{max}、D_{min}、D_{div})，对于 4A 沸石分别选定为：D_{max}=10 μm，D_{min}=1 μm，D_{div}=1 μm，按下(SET)钮，使设定值输入微处理机。
b) 装入分散介质[C.2 a)]于池中，按下空白(BLANK)钮校正仪器后，即可装样测定。
c) 将盛有超声分散试样的烧杯倾斜至与桌面成 30°夹角，用滴管插入杯内底部，压橡皮头吹气使试样在分散介质中充分搅匀后装入样品池，盖上池盖（勿使气泡进入样池），用镜头纸擦净池外壁，放入仪器池架，盖好仪器盖，按下(START)钮，开始测量。
d) 测量完毕，仪器时间(TIME)显示 0.00.00 即自动打印，给出结果。

C.4.3 结果计算

a) 根据仪器给出的粒度分布数据计算出≤4 μm、≥10 μm 的累计分布百分数及平均粒径值。
结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果，其平均粒径的差值不大于 0.2μm，以大于 0.2μm 的情况不超过 5%为前提；其≤4μm 累计分布百分数的差值不大于 2%，以大于 2%的情况不超过 5%为前提。

b) 在没有粒度仪标准和统一规程检定粒度仪之前，为便于各种离心式粒度仪的应用，可指定仲裁单位选定一种经多次测定（或用其他手段）考核过，证明是均匀、稳定的 4A 沸石为“参比基准样”，给出该样的粒度值，用于其他粒度仪每次试样检测的同步操作，以比对每次检验的结果，从而使其他粒度仪也校正到与 CAPA-500 型离心式粒度分析仪一致或相近的分析水平。

附 录 D
（规范性附录）
Al^{3+}（干基）的测定

D.1 原理

沸石在无机酸中容易溶解并分解成铝离子，铝离子在 pH 3～3.5 时与乙二胺四乙酸二钠（EDTA）形成络合物，以二甲酚橙为指示剂，用乙酸锌回滴过量的 EDTA，从而求出铝的含量。

D.2 试剂

a) 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）（GB/T 1401），c（EDTA）＝0.01 mol/L 标准滴定溶液，按 GB/T 601－2002 中 4.15 配制并标定；

b) 乙酸锌（HG 3-1098），$c[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$＝0.01 mol/L 标准滴定溶液

称取乙酸锌 $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ 1.0975 g，用水溶解，并稀释定容至 500 mL，以乙酸调节 pH 至 5～6 后再用 EDTA 标准滴定溶液[D.2 a)]标定。

c) 二甲酚橙，1 g/L 溶液

称取二甲酚橙 0.1 g，用水溶解并稀释至 100 mL（一个月内有效）。

d) 氢氧化钠（GB/T 629），200 g/L 溶液

称取固体氢氧化钠 20 g，加水 100 mL 溶解。

e) 乙酸钠（GB/T 693），1 mol/L 溶液

称取乙酸钠（$CH_3COONa \cdot 3H_2O$）13.6g，加水溶解并稀释至 100 mL。

f) 乙酸铵（GB/T 1292），1 mol/L 溶液

称取乙酸铵（CH_3COONH_4）77 g，加水溶解并稀释至 1 000 mL。

g) 硫酸（GB/T 625），3 mol/L 溶液

量取浓硫酸 290 mL，在搅拌下慢慢倒入 700 mL 水中，稀释至 1 000 mL。

h) 精密 pH 试纸

pH 2.7～4.7 和 pH 1.4～3.0 两种范围或适合 pH 2.0～2.5 和 pH 3.0～3.5 范围的其他精密 pH 试纸。

D.3 仪器

a) 烧杯，50 mL、100 mL；

b) 锥形瓶，300 mL；

c) 容量瓶，500 mL；

d) 移液管，10 mL、25 mL；

e) 具塞滴定管，25 mL。

D.4 测定

D.4.1 称样

与灼烧失量测定步骤同时进行，称取沸石试样 0.5 g 于 100 mL 烧杯中，称准至 0.1 mg，相继称取三份，两份用于平行测定铝离子，第三份留作必要时复检。

D.4.2 滴定

向称好的试验份中加入硫酸［D.2 g）］20 mL，待试样溶解后将溶液移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度并混匀。用移液管吸取此溶液 10 mL 于 300 mL 锥形瓶中，加水 50 mL，用氢氧化钠溶液［D.2 d）］调节 pH 至 2～2.5，然后用乙酸钠溶液［D.2 e）］调节 pH 至 3～3.5，准确加入 EDTA 标准溶液［D.2 a）］10 mL，煮沸 20 min，放冷后加入乙酸铵溶液［D.2 f）］20 mL，将溶液 pH 缓冲至 5～6，加水使总量为 150 mL，加二甲酚橙指示液［D.2 c）］4～5 滴，用乙酸锌标准滴定溶液［D.2 b）］进行回滴定，溶液颜色由黄色变为橙红色即为终点，用同样操作进行空白试验。

4 A 沸石中 Al^{3+} 含量以 Al^{3+} 占干基的质量百分数表示，按式（D.1）计算。

$$Al^{3+}(\%)=\frac{(V_0-V_1)\times c\times 0.02698}{m\times 0.02\times(1-X)}\times 100 \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (D.1)$$

式中：

V_0——空白试验耗用乙酸锌标准滴定溶液的体积，mL；

V_1——样品测定耗用乙酸锌标准滴定溶液的体积，mL；

c——乙酸锌标准滴定溶液的浓度，mol/L；

0.026 98——铝原子的毫摩尔质量，g/mmol；

m——试样质量，g；

X——在 5.1.4 测定中得到的 4 A 沸石灼烧失量，%。

结果以算术平均值表示至整数个位。

精密度：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值不大于 0.5%，以大于 0.5% 的情况不超过 5% 为前提。