

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0254—93

上海市技术监督研究所	
登记号	QT 966099

出口轻烧镁中氯化物测定方法

Method for the determination of chloride
in calcine magnesite for export

1993-11-05 发布

1994-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

(京)新登字 023 号

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口轻烧镁中氯化物测定方法

SN/T 0254—93

Method for the determination of chloride
in calcine magnesite for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了轻烧镁中氯化物含量测定方法——电位滴定法。

本标准适用于轻烧镁中氯化物(以 Cl 计)的测定,同时也适用于电熔镁、重烧镁中氯离子的测定,测定范围 10 $\mu\text{g/g}$ 以上。

2 引用标准

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试样用硝酸分解,在 pH2~4 条件下,以氯离子选择电极或银电极为测量电极,双盐桥式甘汞电极为参比电极,用硝酸银溶液滴定,根据电位突跃确定反应终点。

4 仪器

4.1 电位滴定装置

4.1.1 离子计:精确到 0.1 mV 的离子计。

4.1.2 测量电极:氯离子选择电极或银电极。

4.1.3 参比电极:双盐桥式甘汞电极。

4.2 磁力搅拌器和电磁搅拌子。

4.3 精确至 0.02 mL 的棕色酸式滴定管。

5 试剂

5.1 所用水均为二次蒸馏水。

5.2 硝酸(ρ :1.42 g/mL):优级纯。

5.3 硝酸(1+3):优级纯。

5.4 氢氧化钠(10%):优级纯。

5.5 百里酚蓝指示剂(0.1%)(m/m):0.1 g 百里酚蓝溶于 100 mL 20%(V/V)的乙醇溶液中。

5.6 硝酸钾溶液(0.2 mol/L):优级纯。称取 10 g 硝酸钾溶于水中,稀释至 500 mL。

5.7 曲拉通(triton) X-100 溶液(聚乙二醇辛基苯基醚):(1+4)。

5.8 氯化钠标准溶液(0.025 mol/L):称取预先在 500~600℃灼烧至恒重的氯化钠(基准试剂)1.461 2 g 置于 150 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。

5.9 硝酸银标准溶液(0.025 mol/L):称取硝酸银(优级纯)4.25 g,置于 150 mL 烧杯中,加水溶解后,稀释至 1 000 mL,摇匀,保存于棕色瓶中。

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1993-11-05 批准

1994-05-01 实施

5.9.1 标定:

准确移取 5.00 mL 氯化钠标准溶液(5.8)置于 150 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸钾溶液(5.6)、90 mL 水、10 滴曲拉通 X-100 溶液(5.7)、放入电磁搅拌子,将烧杯置于磁力搅拌器(4.2)上,轻微搅拌,加 2~3 滴百里酚蓝指示剂(5.5),滴加硝酸(5.3)至溶液呈红色,再用氢氧化钠溶液(5.4)调至黄色。插入测量电极和参比电极,记录起始电位值。用硝酸银标准溶液(5.9)滴定。先加 4.00 mL,再逐次加入 0.05 mL 或 0.10 mL。记录每次加入硝酸银标准溶液后的累积体积及相应的电位值至产生电位突跃后再继续滴 2~3 次为止。

5.9.2 按式(1)计算硝酸银溶液浓度

$$C = C_3 \cdot V_3 / V \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: C_3 ——氯化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_3 ——氯化钠标准溶液的体积, mL;

V ——滴定终点时消耗硝酸银标准溶液的体积, mL。

滴定终点时消耗硝酸银标准溶液的体积(V),按二级微商法〔式(2)〕计算:

$$V = \frac{|a|V_2 + |b|V_1}{|a| + |b|} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: a ——二级微商($\frac{\Delta^2 E}{\Delta V^2}$)为零前的二级微商值;

b ——二级微商为零后的二级微商值;

V_1 ——二级微商为零前的硝酸银标准溶液体积, mL;

V_2 ——二级微商为零后的硝酸银标准溶液体积, mL。

6 试样

6.1 试样应通过 200 目筛。

6.2 试样需预先在 105~110℃干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 试样量

称取 5~10 g 试样,精确至 0.001 g。

7.2 空白试验

随同试样做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试样置于 150 mL 烧杯中,加水 30 mL,在不断搅拌下,缓慢滴加硝酸(5.2)17.5~35 mL,要防止溶液剧烈反应暴沸崩溅。

7.3.2 小火加热 5 min 左右,勿使溶液沸腾,使试样溶解¹⁾,冷至室温(如称取 5 g 样品,应补加 25 mL 水),将烧杯置于电磁搅拌器上搅拌,加入 2~3 滴百里酚蓝指示剂(5.5),滴加氢氧化钠溶液(5.4)使试液刚呈黄色²⁾。加 10 滴曲拉通 X-100 溶液(5.7)。

7.3.3 插入测量电极(4.1.2)和参比电极(4.1.3)记录起始电位值,以硝酸银标准溶液(5.9)滴定,每次加入 0.05 mL 或 0.1 mL,记录消耗硝酸银体积数及相应电位值,计算按 5.9.2 中式(2)规定进行。

注: 1) 如果试样不完全溶解,也不影响测定。

2) 如果试样分解后,试液带黄棕色,可用 pH 试纸调至 pH2~4。

8 计算

氯化物(以 Cl 计)含量按式(3)计算:

$$\text{Cl}(\mu\text{g/g}) = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.03545 \times 10^6}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中: c ——硝酸银标准溶液浓度, mol/L;

V ——滴定试样消耗硝酸银标准溶液体积, mL;

V_0 ——空白滴定消耗硝酸银标准溶液体积, mL;

m ——试样质量, g;

0.03545——氯的毫摩尔质量。

附加说明:

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国辽宁进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人姚凤池、万秉忠。



SN/T0254-1993

中国标准出版社出版 中国标准出版社北京印刷厂印刷

1994年6月第一版 1994年6月第一次印刷 书号:155066·2-9344