SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0546—2004
代替 SN/T 0546—1996

出口硫镁矾中氧化钙、氧化镁及硫含量测定方法

Test method of calcium oxide, magnesium oxide and sulfur content in kieserite for export

2004-06-01 发布　　2004-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

前　言

本标准代替 SN/T 0546—1996《出口硫镁矾中氧化钙、氧化镁及硫含量测定方法》。

本标准与 SN/T 0546—1996 相比主要差异如下：

——增加了制样条款；

——指示剂由固体改为液体；

——络合滴定剂用环己二胺四乙酸(CyDTA)标准滴定溶液代替乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国天津出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：孙书军、刘绍从、张莱、刘军、马军。

原 SN/T 0546—1996 于 1996 年首次发布。

出口硫镁矾中氧化钙、氧化镁及硫含量测定方法

1 范围

本标准规定了出口硫镁矾中氧化钙、氧化镁及硫含量的测定。

本标准适用于轻烧镁与硫酸反应而制得的硫镁矾。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6679 固体化工品采样通则(neq ISO/DIS 8213)

3 取样与制样

3.1 取样

按 GB/T 6679 规定的方法。

3.2 制样

将所取样品经充分混匀，用圆锥四分法或二分器法缩分，取出约 1 000 g，均分成二份，一份供检验用，一份为保留样。

颗粒型样品及混合型样品需快速研磨至通过 40 目(筛孔 0.42 mm)。应注意在研磨过程中防止失水或吸水。研磨后充分混匀，装入磨口玻璃瓶中。

4 试验方法

4.1 一般规定

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。试验中所需制剂及制品，在没有其他规定时均按 GB/T 603 的规定制备。

4.2 试剂

4.2.1 盐酸：ρ=1.19 g/mL。

4.2.2 盐酸溶液：1+9。

4.2.3 氢氧化钾溶液：200 g/L。

4.2.4 酒石酸钾钠溶液：50 g/L。

4.2.5 三乙醇胺溶液：1+1。

4.2.6 三乙醇胺溶液：1+4。

4.2.7 乙二醇二乙醚二胺四乙酸(EGTA)溶液：2.5 g/L。

称取 2.5 g EGTA，置于 400 mL 烧杯中，加水 100 mL，滴加氢氧化钾(4.2.3)至溶液澄清透明，冷却至室温后，用水稀释至 1 L。

4.2.8 氨-氯化铵缓冲溶液甲：pH≈10。

4.2.9 环己二胺四乙酸(CyDTA)标准滴定溶液：0.025 mol/L，配置和标定见附录 A。

4.2.10　酸性铬蓝 K 指示液：溶解 0.5 g 酸性铬蓝 K 于 100 mL 三乙醇胺溶液(4.2.5)中。

4.2.11　萘酚绿 B 指示液：溶解 0.5 g 萘酚绿 B 于 100 mL 三乙醇胺溶液(4.2.5)中。

4.3　试验溶液的制备

4.3.1　试验溶液 A 的制备

称取约 5 g 试样，精确到 0.2 mg，置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水。置烧杯于电磁搅拌器上，放入搅拌子搅拌 40 min 后，转移到 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤(弃去前 15 mL～20 mL溶液)后所得溶液为溶液 A。

4.3.2　试验溶液 B 的制备

称取约 5 g 试样，精确到 0.2 mg，置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水、5 mL 盐酸(4.2.1)，加热近沸搅拌溶解，冷却至室温后，转移到 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤(弃去前 15 mL～20 mL溶液)后所得溶液为溶液 B。

4.4　氧化镁的测定

4.4.1　方法提要

用酒石酸钾钠、三乙醇胺、EGTA 掩蔽铁和钙离子，CyDTA 络合滴定剂测定氧化镁。

4.4.2　分析步骤

4.4.2.1　掩蔽剂 EGTA 加入量确定

准确移取 10 mL 试验溶液 A(4.3.1)或 B(4.3.2)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 70 mL 水、加 10 mL氢氧化钾(4.2.3)，加 2 滴酸性铬蓝 K 指示液(4.2.10)与 6 滴萘酚绿 B 指示液(4.2.11)，用 EGTA 溶液(4.2.7)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色，并过量 1 mL，记下毫升数，此体积数为 EGTA 溶液(4.2.7)掩蔽该试液中钙的加入量。

4.4.2.2　水溶性氧化镁含量的测定

准确移取 10 mL 试验溶液 A(4.2.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 70 mL 水、再依次加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液(4.2.4)和 5 mL 三乙醇胺溶液(4.2.6)、准确加入按 4.4.2.1 所确定的 EGTA 溶液(4.2.7)的加入量、再加 15 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(4.2.8)，加 2 滴酸性铬蓝 K 指示剂(4.2.10)与 6 滴 萘酚绿 B 指示剂(4.2.11)，用 CyDTA 标准滴定溶液(4.2.9)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色，在 30 s内不褪色，即为终点。同时作空白试验。

4.4.2.3　酸溶性氧化镁含量的测定

准确移取 10 mL 试验溶液 B(4.2.2)，置于 250 mL 锥形瓶中，同 4.4.2.2。

4.4.2.4　结果计算

水(酸)溶性氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数 w(MgO)(%)表示，按式(1)计算：

$$w(\mathrm{MgO}) = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.040\ 30}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

w(MgO)——氧化镁的质量分数；

V_1——滴定试验溶液 A 或 B 消耗 CyDTA 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验消耗 CyDTA 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——CyDTA 标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——试样质量的数值，单位为克(g)；

0.040 30——与 1.00 mL CyDTA 标准滴定溶液[c(CyDTA)=1.000 mol/L]相当的、以克表示的氧化镁的质量。

计算结果保留两位有效数字。

4.4.2.5　精密度

项　　目	水　平/%	重复性(r)	再现性(R)
水溶性氧化镁含量	20.75	0.3	0.5
酸溶性氧化镁含量	26.06	0.3	0.5

4.5　氧化钙、氧化镁总含量的测定

4.5.1　方法提要

用酒石酸钾钠、三乙醇胺、掩蔽铁离子，用 CyDTA 络合滴定剂测定氧化钙、氧化镁总量。

4.5.2　操作步骤

4.5.2.1　水溶性氧化钙、氧化镁总含量的测定

准确移取 10 mL 试验溶液 A(4.2.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 70 mL 水、再依次加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液(4.2.4)和 5 mL 三乙醇胺溶液(4.2.6)，再加 15 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(4.2.8)，加 2 滴 酸性铬蓝 K 指示剂(4.2.10)与 6 滴萘酚绿 B 指示剂(4.2.11)，用 CyDTA 标准滴定溶液(4.2.9)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色，在 30 s 内不褪色，即为终点。同时作空白试验。

4.5.2.2　酸溶性氧化钙、氧化镁总含量的测定

准确移取 10 mL 试验溶液 B(4.2.2)，置于 250 mL 锥形瓶中，同 4.5.2.1。

4.5.2.3　结果计算

水(酸)溶性氧化钙、氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数 $w(\mathrm{MgO})$(%)表示，按式(2)计算：

$$w(\mathrm{MgO}) = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.040\ 30}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：

$w(\mathrm{MgO})$——氧化镁的质量分数；

V_1——滴定试验溶液 A 或 B 消耗 CyDTA 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验消耗 CyDTA 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——CyDTA 标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——试样质量的数值，单位为克(g)；

0.040 30——与 1.00 mL CyDTA 标准滴定溶液[c(CyDTA)=1.000 mol/L]相当的、以克表示的氧化镁的质量。

计算结果保留两位有效数字。

4.5.2.4　精密度

项　　目	水　平/%	重复性(r)	再现性(R)
水溶性氧化钙、氧化镁总含量	21.29	0.3	0.6
酸溶性氧化钙、氧化镁总含量	26.66	0.3	0.6

4.6　氧化钙含量的测定

4.6.1　方法提要

用测定氧化钙、氧化镁总含量所消耗 CyDTA 标准滴定溶液的体积减去相应测定氧化镁含量所消耗 CyDTA 标准滴定溶液的体积，换算成氧化钙含量。

4.6.2　氧化钙结果的表述

水(酸)溶性氧化钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数 $w(\mathrm{CaO})$(%)表示，按式(3)计算：

$$w(\mathrm{CaO}) = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.056\ 08}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

w(CaO)——氧化钙的质量分数；

V_1——测定水(酸)溶性氧化钙、氧化镁总含量消耗 CyDTA 标准滴定溶液(4.2.9)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——测定水(酸)溶性氧化镁含量消耗 CyDTA 标准滴定溶液(4.2.9)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——CyDTA 标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——试样质量的数值，单位为克(g)；

0.050 68——与 1.00 mL CyDTA 标准滴定溶液[c(CyDTA)=1.000 mol/L]相当的、以克表示的氧化钙的质量。

计算结果保留两位有效数字。

4.7 硫含量的测定

4.7.1 方法提要

用测定水溶性氧化钙、氧化镁总含量所消耗的 CyDTA 标准溶液的体积，计算硫的含量。

4.7.2 计算结果

硫含量以硫(S)的质量分数 w(S)(%)表示，按式(4)计算：

$$w(\mathrm{S}) = \frac{c(V - V_0) \times 0.032\ 07}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

w(S)——硫的质量分数；

V——测定水溶性氧化钙、氧化镁总含量消耗 CyDTA 标准滴定溶液(4.2.9)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0——空白试验消耗 CyDTA 标准滴定溶液(4.2.9)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——CyDTA 标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——试样质量的数值，单位为克(g)；

0.032 07——与 1.00 mL CyDTA 标准滴定溶液[c(CyDTA)=1.000 mol/L]相当的、以克表示的硫的质量。

计算结果保留两位有效数字。

附 录 A
（规范性附录）
0.025 mol/L 环己二胺四乙酸(CyDTA)标准滴定溶液的配制和标定

A.1 试剂

A.1.1 氢氧化钾溶液：200 g/L。

A.1.2 氢氧化钾溶液：300 g/L。

A.1.3 盐酸溶液：1+1。

A.1.4 三乙醇胺溶液：1+1。

A.1.5 三乙醇胺溶液：1+4。

A.1.6 氨-氯化铵缓冲溶液甲：pH≈10。

A.1.7 金属镁：纯度＞99.99%。

A.1.8 酸性铬蓝 K 指示剂溶液：溶解 0.5 g 酸性铬蓝 K 于 100 mL 三乙醇胺溶液(A.1.4)中。

A.1.9 萘酚绿 B 指示剂溶液：溶解 0.5 g 萘素酚绿 B 于 100 mL 三乙醇胺溶液(A.1.4)中。

A.2 0.025 mol/L 环己二胺四乙酸(CyDTA)标准滴定溶液的配制

称取 9.1 g 环己二胺四乙酸，置于 250 mL 烧杯中，加适量氢氧化钾溶液(A.1.2)，加热至溶解，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.3 0.025 mol/L 环己二胺四乙酸(CyDTA)标准滴定溶液的标定

称取约 0.60 g 金属镁(A.1.7)，精确到 0.1 mg，置于 250 mL 烧杯中，分次加适量盐酸(A.1.3)，加热至溶解，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取(30.00～35.00) mL 该溶液于 250 mL 锥形瓶中，加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(A.1.6)，加 2 滴酸性铬蓝 K 指示液(A.1.8)与 6 滴萘酚绿 B 指示液(A.1.9)，用 CyDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色，在 30 s 内不褪色，即为终点。同时作空白试验。

环己二胺四乙酸标准滴定溶液的浓度按式(A.1)计算：

$$c(\mathrm{CyDTA}) = \frac{\frac{mV}{1\,000}}{(V_1 - V_2) \times 0.024\,30} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (\mathrm{A.1})$$

式中：

c——CyDTA 标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——镁溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_1——滴定时消耗 CyDTA 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验消耗 CyDTA 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

m——镁的质量的数值，单位为克(g)；

0.024 30——与 1.00 mL CyDTA 标准滴定溶液[c(CyDTA)＝1.000 mol/L]相当的、以克表示的镁的质量。

计算结果保留四位有效数字。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口硫镁矾中氧化钙、氧化镁及硫含量测定方法
SN/T 0546—2004
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.bzcbs.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2004年9月第一版 2004年9月第一次印刷
*
书号:155066·2-15860 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

SN/T 0546-2004