

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0328—94

上海市技术监督研究所
登记号 QT 966176

出口氟石中氟化钙的化学分析方法

Chemical analysis method for
the calcium fluoride in export fluorspar

1994-12-26 发布

1995-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口氟石中氟化钙的化学分析方法

SN/T 0328—94

Chemical analysis method for
the calcium fluoride in export fluorspar

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口氟石中氟化钙化学分析的试样细度、试剂和材料、分析步骤、结果计算和精密度。

本标准适用于出口氟石中氟化钙量的测定。测定范围 60% 以上。

本标准不适用于含锶氟石中氟化钙量的测定。

2 方法提要

试料以盐酸-硼酸-硫酸混合酸分解,在酸性条件下,预置 EDTA 标准溶液。以三乙醇胺掩蔽干扰物质,用氢氧化钾溶液调节酸度,使试液 $\text{pH} \geq 13$ 。以钙黄绿素混合指示剂指示滴定终点,用 EDTA 标准溶液滴定。

3 试剂和材料

3.1 碳酸钙(基准试剂)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 混合酸:每 1 000 mL 盐酸(1+1)中加入硼酸 7.5 g 和硫酸(1+1)6.5 mL。

3.4 三乙醇胺溶液(1+2)。

3.5 氢氧化钾溶液(200 g/L)。

3.6 EDTA 标准溶液(0.03 mol/L)。

3.6.1 配制:

称取 11.2 g 乙二胺四乙酸二钠,置于 400 mL 烧杯中,加适量水,加热使其完全溶解。冷却至室温后稀释至 1 000 mL,混匀。放置三天后使用。

3.6.2 标定:

称取约 0.12 g,精确至 0.000 1 g,已在 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥并恒重的碳酸钙(3.1)3 份,分别置于 250 mL 高型烧杯中,加少量水,盖上表面皿,从杯口缓缓滴加盐酸(3.2),直至全部溶解,加热驱尽二氧化碳,冷却,稀释至 50 mL。以下按 5.3.3 进行滴定,并随同做空白试验。

3.6.3 EDTA 标准溶液相当于氟化钙的量 $T(\text{g/mL})$ 按式(1)计算:

$$T = \frac{M \times 0.780\ 07}{V - V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中: T ——EDTA 标准溶液相当于氟化钙的量, g/mL;

M ——碳酸钙基准试剂的量, g;

V ——滴定碳酸钙消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL;

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1994-12-26 批准

1995-05-01 实施

V_0 ——空白试验消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL;

0.780 07——碳酸钙换算为氟化钙的换算系数。

3.7 混合指示剂

称取 0.20 g 钙黄绿素($C_{30}H_{26}N_2O_{13}$), 0.12 g 百里香酚酞($C_{38}H_{44}N_2O_{12}$)和 20 g 无水硫酸钾于研钵中研匀, 于 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥 1 h 后, 盛于磨口瓶中, 备用。

4 试样

试样通过 80 μm 筛孔标准筛, 并经 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干。

5 分析步骤

5.1 试料

称取约 0.1 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

分析时称取 2 份试料进行平行测定, 取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 高型烧杯中, 加 20 mL 混合酸(3.3), 盖上表皿, 加热至微沸, 不时摇动烧杯, 使勿结底, 直至烧杯中试液剩 2~3 mL(加热时间不少于 20 min)。

5.3.2 加 50 mL 水, 加热煮沸, 冷却。

5.3.3 从滴定管中加入约为反应所需的 80% EDTA 标准溶液(3.6), 加 5 mL 三乙醇胺溶液(3.4), 搅匀, 加 20 mL 氢氧化钾溶液(3.5), 加适量混合指示剂(约 0.05 g)搅匀, 立即在黑色衬垫上继续用 EDTA 标准溶液(3.6)滴定到绿色荧光突然消失, 此为终点。

6 分析结果的计算与表述

氟化钙的质量百分数(%)按式(2)计算:

$$\text{CaF}_2(\%) = \frac{T(V - V_0)}{m} \times 100 - 0.780 07A \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: T ——EDTA 标准溶液相当于氟化钙的量, g/mL;

V ——滴定所消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗的 EDTA 标准溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

A ——试样中碳酸钙的质量百分数, %;

0.780 07——碳酸钙换算为氟化钙的换算系数。

计算结果表示到小数点后二位。

7 精密度

$$\text{重复性}(r) = 0.465 - 0.003 51 m \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\text{再现性}(R) = 1.177 - 0.008 414 m \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m ——氟石中氟化钙的质量百分数, %。

应用说明:

本标准在正常和正确操作情况下,由同一操作人员,在同一实验室内,使用同一器具,并在短期内,对相同试样所作两个单次测试结果之间的差值超过重复性(r),平均来说 20 次中不多于 1 次。

本标准在正常和正确操作情况下,由两名操作人员,在不同实验室,对相同试样所作两个单次测试结果之间的差值超过再现性(R),平均来说 20 次中不多于 1 次。

如果两个单次测试结果之间的差值超过了相应的 r 或 R 值,则认为这两个结果是可疑的。

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上海进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人钱葆龙、王彪、林凤琦、孙立冰。

(京)新登字 023 号

SN/T 0328—94



SN/T0328-1994

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1995 年 6 月第一版 1995 年 6 月第一次印刷 书号:155066 • 2-9933