



中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.8—2012
代替 GB/T 13025.8—1991

制盐工业通用试验方法 硫酸根的测定

General test method in salt industry—Determination of sulfate

2012-06-29 发布

2012-12-01 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

本部分为制盐工业通用试验方法系列标准之一,该系列标准目前分为以下 13 部分,必要时,其他试验方法标准将在后续工作中补充制定。

- GB/T 13025.1 制盐工业通用试验方法 粒度的测定;
- GB/T 13025.2 制盐工业通用试验方法 白度的测定;
- GB/T 13025.3 制盐工业通用试验方法 干燥失重和灼烧失重的测定;
- GB/T 13025.4 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定;
- GB/T 13025.5 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定;
- GB/T 13025.6 制盐工业通用试验方法 钙和镁的测定;
- GB/T 13025.7 制盐工业通用试验方法 碘的测定;
- GB/T 13025.8 制盐工业通用试验方法 硫酸根的测定;
- GB/T 13025.9 制盐工业通用试验方法 铅的测定;
- GB/T 13025.10 制盐工业通用试验方法 亚铁氰根的测定;
- GB/T 13025.11 制盐工业通用试验方法 氟的测定;
- GB/T 13025.12 制盐工业通用试验方法 钡的测定;
- GB/T 13025.13 制盐工业通用试验方法 砷的测定。

本部分为 GB/T 13025 的第 8 部分。

本部分依据 GB/T 1.1—2009 的规则编制。

本部分代替 GB/T 13025.8—1991《制盐工业通用试验方法 硫酸根离子的测定》,本部分与 GB/T 13025.8—1991 相比除编辑性修改外,主要技术变化如下:

——取消了光度分析方法。

本部分由中国轻工业联合会提出,全国盐业标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:全国海湖盐标准化中心、河南省盐产品质量监督检验站。

本部分主要起草人:佟云琨、徐素玲、于秀玲、苑惠杰。

本部分历次版本发布情况为:

——GB/T 13025.8—1991。

制盐工业通用试验方法

硫酸根的测定

1 范围

GB/T 13025 的本部分规定了盐产品和盐化工产品中硫酸根的测定方法。
本部分适用于盐产品和盐化工产品及其原料中硫酸根的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 重量法

3.1 原理

试样溶液调至酸性,加入氯化钡溶液生成硫酸钡沉淀,沉淀经过滤、洗涤、干燥、称量,计算硫酸根含量。

3.2 试剂

3.2.1 试剂规格

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

3.2.2 盐酸溶液(2 mol/L)

量取 24 mL 浓盐酸,用水稀释至 100 mL。

3.2.3 氯化钡溶液(0.02 mol/L)

称取 2.40 g 氯化钡,溶于 500 mL 水中,室温放置 24 h,过滤后使用。

3.2.4 甲基红指示剂

称取 0.20 g 甲基红,溶解于 100 mL 无水乙醇中。

3.3 仪器

3.3.1 恒温干燥箱:能调节温度 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.3.2 4 号玻璃坩埚。

3.4 分析步骤

3.4.1 配样

称取 25 g 粉碎至 2 mm 以下的试样(氯化镁样品不必粉碎),称准至 0.001 g,置于 400 mL 烧杯中,

GB/T 13025.8—2012

加 200 mL 水,加热近沸至试样全部溶解,冷却后移入 500 mL 容量瓶,加水稀释至刻度,摇匀,过滤。当试样中待测物质含量过高时可适当稀释后再测定。

3.4.2 测定

吸取一定体积(含硫酸根 100 mg 以下)的试样溶液(3.4.1),置于 400 mL 烧杯中,加水至 150 mL,加 2 滴甲基红指示剂(3.2.4),滴加盐酸溶液(3.2.2)至溶液恰呈红色,加热至近沸,迅速加入 40 mL 氯化钡(3.2.3)热溶液(所吸取硫酸根的量大于 60 mg 时加入 60 mL 氯化钡热溶液),剧烈搅拌 2 min,冷却至室温,再加少许氯化钡溶液检查沉淀是否完全,用预先在 120 °C 干燥并称量过的 4 号玻璃坩埚抽滤,先将上层清液倾入坩埚内,用水将烧杯内沉淀洗涤数次,然后将烧杯内沉淀全部转移至坩埚内,继续用水洗涤沉淀数次,直至滤液中不含氯离子(用硝酸银溶液检验)。用少量水冲洗坩埚外壁后,置于恒温干燥箱内于 120 °C±2 °C 干燥 1 h 后取出,称量。以后每次干燥 30 min 称量一次,直至两次称量之差不超过 0.000 2 g。

3.5 结果计算

试样中硫酸根含量以质量分数 ω 计,数值以百分数(%)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.4116}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——玻璃坩埚加硫酸钡的质量,单位为克(g);
 m_2 ——玻璃坩埚的质量,单位为克(g);
0.411 6 ——硫酸钡换算为硫酸根的系数;
 m ——所取试样的质量,单位为克(g)。

3.6 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 1 的规定。

表 1

硫酸根含量/%	结果的绝对差值/%
<0.50	0.03
0.50~<1.50	0.04
1.50~3.50	0.05

4 容量法(EDTA 络合滴定法)

4.1 原理

氯化钡与试样中硫酸根生成难溶的硫酸钡沉淀,过剩的钡离子用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液滴定,间接测定硫酸根。

4.2 试剂

4.2.1 试剂规格

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

4.2.2 盐酸溶液(1 mol/L)

量取 12 mL 浓盐酸,用水稀释至 100 mL。

4.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液(pH≈10)

称取 20 g 氯化铵,用水溶解,加入 100 mL 25%氨水,用水稀释至 1 L。

4.2.4 乙二胺四乙酸二钠镁(Mg-EDTA)溶液

称取 17.2 g 乙二胺四乙酸二钠镁($C_{10}H_{12}MgN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$),溶于 1 L 水中。

4.2.5 氧化锌标准溶液

称取 1.63 g 于 800 °C 灼烧至恒重的氧化锌基准试剂,称准至 0.000 1 g,置于 150 mL 烧杯中,用少量水润湿,滴加 4 mol/L 盐酸至全部溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

氧化锌标准溶液的浓度按式(2)计算:

$$c(\text{ZnO}) = \frac{m}{81.38 \times V} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c(\text{ZnO})$ ——氧化锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——称取氧化锌的质量,单位为克(g);

81.38——氧化锌的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

V ——配制溶液的体积,单位为升(L)。

4.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液

配制:称取 37.3 g 二水合乙二胺四乙酸二钠,溶于 5 L 水中,摇匀,贮于试剂瓶中备用。

标定:吸取 20.00 mL 氧化锌标准溶液(4.2.5),置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.2.3)、4 滴铬黑 T 指示剂(4.2.8),用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.2.6)滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(3)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c(\text{ZnO}) \times V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$c(\text{ZnO})$ ——氧化锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——吸取氧化锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL)。

4.2.7 氯化钡标准溶液

配制:同 3.2.3。

标定:吸取 5.00 mL 氯化钡标准溶液(4.2.7),置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 乙二胺四乙酸二钠镁(Mg-EDTA)溶液(4.2.4)、10 mL 无水乙醇、5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液、4 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液(4.2.6)滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止,记录消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积 V_1 。

GB/T 13025.8—2012

4.2.8 铬黑 T 指示剂

称取 0.2 g 铬黑 T 和 2 g 盐酸羟胺,溶于无水乙醇中,用无水乙醇稀释至 100 mL,保存于棕色瓶内。

4.3 仪器

一般实验室仪器。

4.4 分析步骤

4.4.1 配样

称取 25 g 粉碎至 2 mm 以下的试样(氯化镁样品不必粉碎),称准至 0.001 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 的水。加热近沸至试样全部溶解,冷却后移入 500 mL 容量瓶,加水稀释至刻度,摇匀,必要时过滤。当试样中待测物质含量过高时可适当稀释后再测定。

4.4.2 测定

吸取一定体积(含硫酸根 18 mg 以下)的试样溶液(4.4.1),置于 150 mL 烧杯中,加 1 滴盐酸溶液(4.2.2),加入 5.00 mL 氯化钡标准溶液(硫酸根的量大于 8 mg 时加入 10.00 mL 氯化钡标准溶液),于搅拌器上搅拌片刻,放置 5 min,加入 5 mL 或 10 mL Mg-EDTA 溶液(与加入的氯化钡标准溶液体积相同),10 mL 或 15 mL 无水乙醇(约占总体积 30%),5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液、4 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止,记录消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积 V_3 。

吸取与测定硫酸根体积相同的试样溶液,置于 150 mL 烧杯中,加水至 25 mL,加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液、4 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止,以上为滴定溶液中钙镁总量,记录消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积 V_2 。

4.5 结果计算

试样中硫酸根含量以质量分数 ω 计,数值以百分数(%)表示,按式(4)计算:

$$\omega = \frac{(V_1 + V_2 - V_3) \times c(\text{EDTA}) \times 96.06}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_1 ——标定氯化钡标准溶液时 EDTA 标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定钙镁总量时 EDTA 标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定硫酸根时 EDTA 标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

96.06 ——硫酸根的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——所取试样的质量,单位为克(g);

1 000 ——单位换算系数。

4.6 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 2 的规定。

表 2

硫酸根含量/%	结果的绝对差值/%
<0.50	0.03
0.50~<1.50	0.05
1.50~3.50	0.06

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
制盐工业通用试验方法
硫酸根的测定

GB/T 13025.8—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

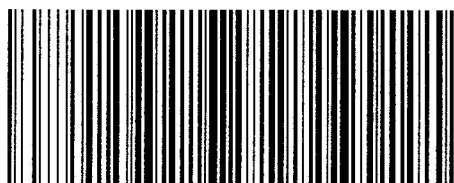
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2012年9月第一版 2012年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-45429 定价 16.00 元



GB/T 13025.8—2012

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)68510107