



中华人民共和国国家标准

GB/T 23941—2009

GB/T 23941—2009

GB/T 23941—2009

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚和不溶物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行结果的绝对差值不大于0.002%。

9 硫酸盐含量的测定

9.1 方法提要

用水溶解试料并过滤不溶物,在酸性条件下,加入氯化钡,与试液中的硫酸根离子生成硫酸钡沉淀。

9.2 试剂

9.2.1 盐酸溶液:1+3。

9.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

9.2.3 硝酸银溶液:20 g/L。

9.3 仪器、设备

高温炉:温度能控制在 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

9.4 分析步骤

称取2.5 g样品,精确至0.000 2 g。置于400 mL烧杯中,加100 mL水,加入5 mL盐酸溶液和200 mL水,加热至微沸,在搅拌下滴加10 mL氯化钡溶液。继续搅拌并微沸2 min~3 min,然后盖上表面皿,保持微沸5 min。再把烧杯放到沸水浴上保持2 h,冷却至室温,用慢速定量滤纸过滤。用温水洗涤沉淀至无氯离子为止(取5 mL洗涤液,加5 mL硝酸银溶液,混匀,放置5 min不出现浑浊)。

将沉淀连同滤纸转移至已于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下质量恒定的瓷坩埚中,低温灰化后,在 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

9.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{0.411\ 3(m_2 - m_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_2 ——硫酸钡及瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

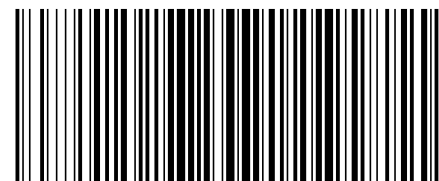
m ——试料质量的数值,单位为克(g);

0.411 3——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.002%。

工业氯化钙分析方法

Analytical methods of calcium chloride for industrial use



GB/T 23941—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38631

定价: 14.00 元

2009-06-02 发布

2010-02-01 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

中华人民共和国
国家标准
工业氯化钙分析方法
GB/T 23941—2009

*
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.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
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 0.5 字数 9 千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷
*
书号: 155066·1-38631 定价 14.00 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

7.2 试剂

- 7.2.1 硝酸溶液:1+10。
- 7.2.2 碳酸氢钠溶液:100 g/L。
- 7.2.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.1 mol/L。
- 7.2.4 铬酸钾溶液:50 g/L。

7.3 分析步骤

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A(5.3),置于 250 mL 锥形瓶中。加 50 mL 水,用硝酸溶液或碳酸氢钠溶液调节 pH 值为 6.5~10(用 pH 试纸检验)。加 0.7 mL 铬酸钾指示液,用硝酸银标准滴定溶液滴定,溶液由淡黄色变为微红色即为终点。

同时做空白试验。空白试验除不加试料外,其他操作均与上述操作步骤相同。

7.4 结果计算

镁及碱金属盐含量以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0) \times 1\,000 \times cM}{m \times \frac{10}{1\,000}} - 1.053 \times w_1 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- V ——滴定中消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 ——滴定中空白消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- M ——氯化钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.44$);
- w_1 ——按第 5 章测得的氯化钙质量分数的数值,单位为百分数(%);
- 1.053——氯化钙(CaCl_2)换算成氯化钠(NaCl)的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

8 水不溶物含量的测定

8.1 方法提要

称取一定量的试样溶于水,过滤后,残渣在一定温度条件下干燥至质量恒定,称量后,确定水不溶物含量。

8.2 试剂

硝酸银溶液:20 g/L。

8.3 仪器、设备

- 8.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。
- 8.3.2 电热恒温干燥箱:能控制温度在 $105\ \text{℃} \pm 2\ \text{℃}$ 。

8.4 分析步骤

称取约 $20.0\ \text{g} \pm 0.01\ \text{g}$ 试样,置于 500 mL 烧杯中。用 300 mL 水溶解,用已于 $105\ \text{℃} \sim 110\ \text{℃}$ 下质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤坩埚中的水不溶物,洗涤至滤液中无氯酸根离子为止,取 5 mL 洗涤液,加 5 mL 硝酸银溶液,混匀,放置 5 min 不出现浑浊,在 $105\ \text{℃} \sim 110\ \text{℃}$ 下干燥至质量恒定。

8.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

5.4 结果计算

氯化钙含量以氯化钙(CaCl₂)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times 1\,000 \times cM}{m \times \frac{10}{1\,000}} \times 100 - 1.497\,8 \times w_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗乙二醇四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验中消耗乙二醇四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二醇四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氯化钙(CaCl₂)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=110.99$);

w_2 ——按第6章测得的碱度[以Ca(OH)₂计]的质量分数的数值,%;

1.497 8——氢氧化钙的质量分数换算为氯化钙的质量分数的换算系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

6 碱度[以Ca(OH)₂计]的测定

6.1 方法提要

将试样溶于水,加入过量的盐酸标准滴定溶液,煮沸赶走二氧化碳,以溴百里香酚蓝为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的盐酸。

6.2 试剂和溶液

6.2.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约0.1 mol/L。

6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约0.1 mol/L。

6.2.3 溴百里香酚蓝指示液:1 g/L。

6.3 分析步骤

称取约10.0 g±0.01 g,置于250 mL容量瓶中,加适量的水溶解。加入2~3滴溴百里香酚蓝指示剂,用滴定管加入盐酸标准滴定溶液中和并过量约5 mL。准确记录盐酸标准滴定溶液的体积。加热煮沸2 min,再加入2滴溴百里香酚蓝指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至由黄色变为蓝色为终点。

6.4 结果计算

碱度以氢氧化钙[Ca(OH)₂]的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{[(c_1 V_1 - c_2 V_2)]M \times 1\,000}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_1 ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定时加入盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氢氧化钙{1/2[Ca(OH)₂] }的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=37.05$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

7 镁及碱金属盐(以NaCl计)含量的测定

7.1 方法提要

以铬酸钾为指示剂,用硝酸银标准滴定溶液滴定总氯量,减去氯化钙中的含氯量后折算成以氯化钠(NaCl)计的总碱金属氯化物含量。

前 言

本标准与美国 ASTM E499:1996《氯化钙分析方法》的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:山东出入境检验检疫局、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:赵祖亮、王莹、王骏、刘幽若。

本标准首次发布。