

7.2 试剂

- 7.2.1 氟化钠。
- 7.2.2 氨水溶液:1+1。
- 7.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈6。
- 7.2.4 乙二胺四乙酸二钠溶液:约 0.02 mol/L。
- 7.2.5 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。
- 7.2.6 二甲酚橙指示液:2 g/L。

7.3 分析步骤

量取 25.00 mL 试料溶液(见 4.3.2),置于 250 mL 锥形瓶中,加 35 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液、10 滴二甲酚橙指示液,用氨水溶液中和至溶液变为蓝紫色,再加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,加热煮沸 3 min,冷却后用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄绿色变为浅棕色为终点。加约 1 g 氟化钠,加热煮沸 3 min,冷却后用氯化锌标准滴定溶液滴定,滴定终点颜色与第一次滴定终点相同,记取第二次滴定时耗用氯化锌标准滴定溶液的体积。

7.4 结果计算

三氧化二铝(Al_2O_3)的质量分数 w_3 ,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{\frac{V}{1\,000 \times 2} \times cM}{m} \times 100\% = \frac{VcM}{2\,000\,m} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- V ——第二次滴定时耗用的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 - c ——氯化锌标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 - M ——三氧化二铝摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$);
 - m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。
- 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.3%。



版权专有 侵权必究
*
书号:155066·1-51734
定价: 14.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 31536—2015

GB/T 31536—2015

常温铜系脱砷剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition for copper series arsenic
removal agent at room temperature

2015-05-15 发布

2015-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
常 温 铜 系 脱 砷 剂 化 学 成 分 分 析 方 法
GB/T 31536—2015

*
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 (100029)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)
网 址 www.spc.net.cn
总 编 室 : (010)68533533 发 行 中 心 : (010)51780238
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 0.5 字 数 10 千 字
2015 年 6 月 第 一 版 2015 年 6 月 第 一 次 印 刷

*
书 号 : 155066 · 1-51734 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)68510107

6 氧化铜(CuO)质量分数的测定

6.1 原理

在 pH 值为 9.2 的条件下,用氟化钠掩蔽铝,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液络合滴定试料溶液中的铜、锌总量,减去锌量,即为铜量。

6.2 试剂

6.2.1 无水乙醇。

6.2.2 氟化钠。

6.2.3 氨水溶液:1+1。

6.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液:pH≈10。

6.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

6.2.6 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示液:2 g/L。

称取 0.2 g 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚,溶于无水乙醇,用无水乙醇稀释至 100 mL。

6.3 分析步骤

量取 25.00 mL 试料溶液(见 4.3.2),置于 250 mL 锥形瓶中,加约 1 g 氟化钠,用氨水溶液中和至溶液出现浑浊后,继续滴加氨水溶液至溶液呈蓝色,依次加入 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液、5 滴 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚指示液、15 mL 无水乙醇,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为黄绿色为终点。

6.4 结果计算

氧化铜(CuO)的质量分数 w_2 ,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{V_2 - V_1}{1\ 000} \times cM \times 100\% = \frac{(V_2 - V_1)cM}{1\ 000\ m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_2 ——滴定铜锌总量耗用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定锌量耗用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺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 ——氧化铜摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 79.55$);

m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.3%。

7 三氧化二铝(Al_2O_3)质量分数的测定

7.1 原理

在 pH 值为 5.7 的条件下,用乙二胺四乙酸二钠络合试料溶液中的铝和其他金属离子,过量的乙二胺四乙酸二钠用锌标准滴定溶液返滴定。加氟化钠置换出与铝络合的乙二胺四乙酸二钠,释放出的乙二胺四乙酸二钠用锌标准滴定溶液滴定。

4.3.2 操作步骤

称取约 0.5 g 试样(见 4.2),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,用水润湿,加 20 mL 盐酸溶液(见 4.3.1.1),盖上表面皿,缓慢加热使试样完全溶解。冷却后用水冲洗表面皿和烧杯内壁,并稀释至约 80 mL。再加热至 60 °C~80 °C,用慢速滤纸过滤,以热盐酸溶液(见 4.3.1.2)洗涤滤纸 6 次~8 次,滤液及洗液移入 250 mL 容量瓶中,冷却至室温后,用水稀释至刻度,摇匀。

5 氧化锌(ZnO)质量分数的测定

5.1 原理

在 pH 值为 5.7 的条件下,用硫代硫酸钠掩蔽铜、氟化钠掩蔽铝,以二甲酚橙为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定试样溶液中的锌。

5.2 试剂

5.2.1 氟化钠。

5.2.2 氨水溶液:1+1。

5.2.3 硫代硫酸钠溶液:100 g/L。

称取 78.5 g 五水硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)或 50.0 g 无水硫代硫酸钠,溶于水,用水稀释至 500 mL。

5.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈6。

5.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.2.6 二甲酚橙指示液:2 g/L。

5.3 分析步骤

量取 25.00 mL 试样溶液(见 4.3.2),置于 250 mL 锥形瓶中,加约 1 g 氟化钠,用氨水溶液中和至有浑浊出现,加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、10 mL 硫代硫酸钠溶液、2 滴~3 滴二甲酚橙指示液,用水稀释至约 100 mL,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为黄色为终点。

5.4 结果计算

氧化锌(ZnO)的质量分数 w_1 ,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{\frac{V_1}{1\,000} \times cM}{m} \times 100\% = \frac{V_1 c M}{1\,000 m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺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 ——氧化锌摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 81.38$);

m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.3%。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:南化集团研究院、北京三聚环保新材料股份有限公司、山东迅达化工集团有限公司、西安向阳航天材料股份有限公司。

本标准主要起草人:陈长新、孙国双、胡文宾、彭东、邱爱玲、倪雪梅、徐驰。