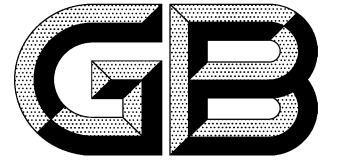


UDC 664.4 : 543.06
X 35



中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.8—91

GB/T 13025.8—91

制盐工业通用试验方法 硫酸根离子的测定

General test method in salt industry—
Determination of sulfate ion

中华人民共和国
国家标准
制盐工业通用试验方法
硫酸根离子的测定
GB/T 13025.8—91

*

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.bzchs.com

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 0.75 字数 13 千字
1992年3月第一版 2005年8月第二次印刷

*

书号:155066·1-24877 定价 10.00 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



GB/T 13025.8—1991

1991-07-03 发布

1992-04-01 实施

国家技术监督局 发布

1 主题内容与适用范围

本标准规定了制盐工业中工业盐、食用盐、氯化钾、工业氯化镁试样中硫酸根的测定方法。

本标准适用于制盐工业中工业盐、食用盐(海盐、湖盐、矿盐、精制盐)、氯化钾、工业氯化镁试样中硫酸根含量的测定。

2 重量法

2.1 原理

样品溶液调至弱酸性,加入氯化钡溶液生成硫酸钡沉淀,沉淀经过滤、洗涤、烘干、称重,计算硫酸根含量。

2.2 仪器、设备

一般实验室仪器。

2.3 试剂和溶液

本方法所用试剂和水未注明要求时,均使用分析纯试剂和蒸馏水(或相应纯度的水)。

2.3.1 氯化钡(GB 652):0.02 mol/L 溶液。

配制:称取 2.40 g 氯化钡,溶于 500 mL 水中,室温放置 24 h,使用前过滤。

2.3.2 盐酸(GB 622):2 mol/L 溶液。

2.3.3 甲基红(HG 3—958):0.2% 溶液。

2.4 试验程序

吸取一定量样品溶液〔见附录 A(补充件)〕,置于 400 mL 烧杯中,加水至 150 mL,加 2 滴甲基红指示剂,滴加 2 mol/L 盐酸至溶液恰呈红色,加热至近沸,迅速加入 40 mL(硫酸根含量 > 2.5% 时加入 60 mL)0.02 mol/L 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℃ 烘至恒重的 4 号玻璃坩埚抽滤,先将上层清液倾入坩埚内,用水将杯内沉淀洗涤数次,然后将杯内沉淀全部移入坩埚内,继续用水洗涤沉淀数次,至滤液中不含氯离子(硝酸介质中硝酸银检验)。以少量水冲洗坩埚外壁后,置电烘箱内于 120±2℃ 烘 1 h 后取出。在干燥器中冷却至室温,称重。以后每次烘 30 min,直至两次称重之差超过 0.000 2 g 视为恒重。

2.5 结果的表示和计算

硫酸根含量按式(1)计算。

$$\text{硫酸根}(\%) = \frac{(G_1 - G_2) \times 0.4116}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： G_1 ——玻璃坩埚加硫酸钡质量，g；

G_2 ——玻璃坩埚质量，g；

W ——所取样品质量，g；

0.411 6——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

2.6 允许差

允许差见表 1。

表 1

硫酸根，%	允许差，%
<0.50	0.03
0.50~<1.50	0.04
1.50~3.50	0.05

2.7 分析次数和报告值

同一实验室取双样进行平行测定，其测定值之差超过允许差时应重测，平行测定值之差如不超过允许差取测定值的平均值作为报告值。

3 容量法(EDTA 络合滴定法)

3.1 原理

氯化钡与样品中硫酸根生成难溶的硫酸钡沉淀，过剩的钡离子用 EDTA 标准溶液滴定，间接测定硫酸根。

3.2 仪器、设备

一般实验室仪器。

3.3 试剂和溶液

本方法所用试剂和水未注明要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水(或相应纯度的水)。

3.3.1 氧化锌(GB 1260)标准溶液。

称取 0.813 9 g 于 800℃灼烧恒重的氧化锌，置于 150 mL 烧杯中，用少量水润湿，滴加盐酸(1:2)至全部溶解，移入 500 mL 容量瓶，加水稀释至刻度，摇匀。

3.3.2 氨(GB 631)-氯化铵(GB 658)缓冲溶液(pH≈10)。

称取 20 g 氯化铵，以无二氧化碳水溶解，加入 100 mL 25%氨水，用水稀释至 1 L。

3.3.3 铬黑 T(HGB 3086):0.2%溶液。

称取 0.2 g 铬黑 T 和 2 g 盐酸羟胺(HG 3—967)，溶于无水乙醇中，用无水乙醇稀释至 100 mL，贮于棕色瓶内。

3.3.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA):0.02 mol/L 标准溶液。

配制:称取 40 g 二水合乙二胺四乙酸二钠，溶于不含二氧化碳水中，稀释至 5 L，混匀，贮于棕色瓶中备用。

标定:吸取 20.00 mL 氧化锌标准溶液，置于 150 mL 烧杯中，加入 5 mL 氨性缓冲溶液，4 滴铬黑 T 指示剂，然后用 0.02 mol/L EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止。

计算:EDTA 标准溶液对硫酸根的滴定度按式(2)计算。

$$T_{\text{EDTA}/\text{SO}_4^{2-}} = T_{\text{EDTA}/\text{Mg}^{2+}} \times 3.951 5 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： $T_{\text{EDTA}/\text{Mg}^{2+}}$ ——EDTA 标准溶液对镁离子的滴定度，g/mL；

3.951 5——镁离子换算为硫酸根的系数。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由轻工业部制盐工业科学研究所归口。

本标准由轻工业部制盐工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人罗尚勉、刘梅蓉、侯翠云。