



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.4—2008

GB/T 21994.4—2008

氟化镁化学分析方法 第4部分：镁含量的测定 EDTA容量法

Chemical analysis of magnesium fluoride—
Part 4: Determination of magnesium—
EDTA volumetric method

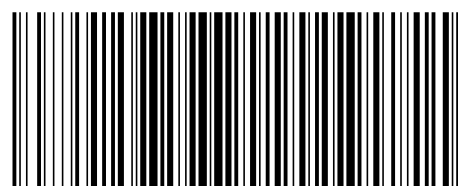
中华人民共和国
国家标准
氟化镁化学分析方法
第4部分：镁含量的测定
EDTA容量法
GB/T 21994.4—2008

*
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 8千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*
书号：155066·1-32565 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 21994.4—2008

2008-06-09 发布

2008-12-01 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

4.17 锌标准溶液($c=0.040\ 00\ \text{mol/L}$):称取高纯锌粒 2.615 2 g 置于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(4.13),盖上表面皿,在电炉上加热溶解清亮,取下,冷却,用水洗入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀备用。

4.18 EDTA 标准溶液($c=0.040\ 00\ \text{mol/L}$)。

4.18.1 配制:称取 15.6 g 分析纯乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶解于适量的水中,加入 1 g~2 g 氢氧化钾(4.14),调节溶液 pH 值为 5 左右,加热溶解,冷却后,稀释到 1 000 mL,混匀,静置过夜,待标定。

4.18.2 标定:移取 25.00 mL 锌标准溶液(4.17)于 250 mL 锥形瓶中,加入水 50 mL,加 5 滴二甲酚橙指示剂(4.12),用氨水(4.5)调至刚好呈红色,用盐酸(4.3)调至刚好呈黄色,加 10 mL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液(4.16),用 EDTA 标准溶液(4.18.1)滴定,由红色变为黄色即到终点。EDTA 标准溶液浓度根据公式(1)进行计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c_1 \times V_1}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_1 ——锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——吸取锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——EDTA 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5 仪器及设备

铂皿:直径 50 mm。

6 试样

试样应符合 GB/T 21994.1—2008 中 3.3 的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.5 g 干燥试样(6),精确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 称取试料(7.1)置于铂皿中,加入 5 mL 氢氟酸(4.1)、10 mL 硫酸(4.2),摇匀,于电炉上加热,先低温冒烟,然后提升温度直到白烟冒尽,取下,冷却到室温,再加入 5 mL 氢氟酸(4.1)、10 mL 硫酸(4.2)重复一次。向冒尽烟的铂皿中加入 10 mL 盐酸(4.3)、30 mL 水,加热至溶液清亮后,移入 250 mL 烧杯内,搅拌溶液(杯底有不溶解残渣),往烧杯中加水到体积约 125 mL,盖上表皿,加热溶液到微沸,保持温度,蒸发溶液至约 70 mL,取下,搅拌(杯底无不溶解残渣),加入 2 滴甲基橙指示剂(4.4),慢慢滴加氨水(4.5)使溶液呈黄色后,过量 2 滴,加热煮沸,保温 5 min~10 min,过滤,滤液用 250 mL 容量瓶承接,用热的氯化铵氨性洗涤液(4.6)洗净烧杯并洗涤沉淀物 10 次,然后冷却溶液至室温,用水稀释至刻度,摇匀备用。

7.4.2 分取 50.00 mL 试液(7.4.1)于锥形瓶中,加入 1.0 mL 硝酸(4.7),加热煮沸,使溶液红色褪去,取下冷却到室温,加入 5 mL 三乙醇胺(4.8)、12 mL 氨性缓冲溶液(4.9)、4 滴镁指示剂(4.11),用

前 言

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分:

——第 1 部分:试样的制备和贮存;

——第 2 部分:湿存水含量的测定 重量法;

——第 3 部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法;

——第 4 部分:镁含量的测定 EDTA 容量法;

——第 5 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 6 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 7 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;

——第 8 部分:硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为第 4 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位:湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位:多氟多化工股份有限公司、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人:黎志坚、廖志辉、陈湘渝、朱亮、薛旭金、王建萍、郭贤慧、王波、李冶。