

UDC 661.56 : 631.81.095 : 543.06
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 12687.2—90

农用硝酸稀土化学分析方法 汞量法测定氯含量

Chemical analysis of nitrate of rare earth for agriculture—
Determination of chlorine content—Mercurimetric method

1990-12-30 发布

1992-01-01 实施

国家技术监督局 发布

农用硝酸稀土化学分析方法
汞量法测定氯含量

GB/T 12687.2—90

Chemical analysis of nitrate of rare earth for agriculture—
Determination of chlorine content—Mercurimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了农用硝酸稀土中氯含量的测定方法。

本标准适用于农用硝酸稀土中氯含量的测定,测定范围:0.1%~5%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用硝酸溶解,在微酸性溶液中,用强电离的硝酸汞标准滴定溶液将氯离子转化为弱电离的氯化汞。过量的汞离子与二苯偶氮碳酰肼生成紫红色络合物指示终点。以消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积计算氯的含量。

4 试剂

4.1 硝酸(1+1)。

4.2 硝酸(3+47)。

4.3 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

4.4 氢氧化钠溶液(40 g/L)。

4.5 氯标准贮存溶液:称取 1.648 5 g 预先在 500~600 °C 灼烧至恒重的基准氯化钠,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氯。

4.6 氯标准溶液:移取 25.00 mL 氯标准贮存溶液(4.5)于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯。

4.7 硝酸汞标准滴定溶液($c[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}] \approx 0.015 \text{ mol/L}$)。

4.7.1 配制:称取 2.3 g 硝酸汞 $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}]$,置于 250 mL 烧杯中,加入 7 mL 硝酸(4.1)、100 mL 水溶解(必要时过滤),移入棕色瓶中,用水稀释至约 1 000 mL,混匀。

4.7.2 标定:移取三份 10.00 mL 氯标准溶液(4.6),分别置于 250 mL 三角瓶中,加入 100 mL 水和 2~3 滴溴酚蓝指示剂(4.8),滴加硝酸(4.2)至溶液由蓝变黄,再过量 2~10 滴,加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示剂(4.9),以硝酸汞标准滴定溶液(4.7)滴定到溶液由黄色变为紫红色,即为终点。平行标定所消耗硝酸汞标准滴定溶液(4.7)体积的极差值不应超过 0.10 mL,取其平均值。