

中华人民共和国国家标准

木质活性炭试验方法 钙镁含量的测定

GB/T 12496.21—1999

代替 GB/T 12496.10—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of calcium and magnesium content

1 范围

本标准规定了钙镁含量的试验方法。
本标准适用于木质类活性炭。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样用盐酸溶液萃取其中钙镁,用络合滴定法测定滤液中的钙镁含量。

4 试剂和溶液

本标准中所用水应符合 GB/T 6682 所规定三级水规格,所用试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

4.1 盐酸(GB/T 622),“1+1”,“1+11”溶液。

4.2 氨水(GB/T 631),“1+9”溶液。

4.3 硫化钠(HG 3—904),2 g/100 mL 溶液。

4.4 氯化铵(GB/T 658)。

4.5 铬黑 T(HGB 3086),指示剂。

4.6 乙二胺四乙酸二钠[EDTA](GB/T 1401)。

4.7 氧化锌(GB 1260),基准试剂。

4.8 盐酸羟胺(GB/T 6685)。

4.9 无水乙醇(GB/T 678)。

4.10 铬黑 T 指示液

称取 0.50 g 铬黑 T 和 2.0 g 盐酸羟胺,溶于乙醇,并用无水乙醇稀释至 100 mL。

4.11 氨-氯化铵缓冲溶液(pH=10),称取 54 g 氯化铵(称准至 10 mg)溶于 200 mL 水中,加 350 mL 氨水,稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.12 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)标准溶液

称取 8 g 乙二胺四乙酸二钠,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

标定:称取 0.40 g(称准至 0.2 mg)于 800℃灼烧至恒重的氧化锌,用少许水湿润,滴加“1+1”盐酸

国家质量技术监督局 1999-11-10 批准

2000-04-01 实施

至样品溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。取 25 mL 入 250 mL 锥形瓶中,加 70 mL 水,用氨水(4.2)中和至 pH7~8,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.11),加 5 滴铬黑 T 指示液(4.10),用所配制乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。乙二胺四乙酸二钠溶液的浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{100m_1}{(V_1 - V_2) \times 81.38} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠溶液的浓度, mol/L;

m_1 ——氧化锌质量, g;

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠溶液用量, mL;

V_2 ——空白试验消耗乙二胺四乙酸二钠溶液用量, mL;

81.38——氧化锌的摩尔质量, g/mol。

4.13 0.02 mol/L 氯化镁溶液

称取 4.2 g 氯化镁于 100 mL 烧杯中加入适量水,溶解完全后移入 1 000 mL 容量瓶,加入 1 mL“1+1”盐酸,用水稀释至刻度。

4.14 乙二胺四乙酸镁溶液

量取 25 mL 0.02 mol/L 氯化镁溶液,加 100 mL 水和 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,用 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠溶液滴定,近终点时,加入 3~5 滴 0.5% 铬黑 T 指示液,继续滴定至溶液由紫色转变为纯蓝色。按滴定所得比例,混合氯化镁溶液与乙二胺四乙酸二钠溶液即为乙二胺四乙酸镁溶液。

5 操作步骤

称取干燥试样 1.0 g(称准至 1 mg)于 100 mL 锥形瓶中,加“1+11”盐酸 25 mL,缓和煮沸 5 min,稍冷过滤,用 30 mL 热水分次洗涤滤渣,滤液和洗液合并,滴加 10% 氨水(4.2)使溶液呈微碱性,过滤于 250 mL 三角烧瓶中,用热水洗涤沉淀,滤液洗液合并,加水使全量约为 100 mL,加 2 mL 硫化钠溶液(4.3),1 mL 乙二胺四乙酸镁溶液(4.14)10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.11)及 2~3 滴铬黑 T 指示液,用 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至溶液由蓝紫色转变为纯蓝色。

6 结果表述

结果计算见式(2):

$$X = \frac{V \cdot c \cdot 4.031}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X ——试样中钙镁含量(以 MgO 计), %;

V ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的用量, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;

40.31——氧化镁的摩尔质量, g/mol;

m ——试样质量, g。

7 误差与偏差

重复性偏差为 ± 0.04 mmol/L,约相当于 ± 2 滴乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液。