

前 言

本标准是对原专业标准 ZB G20 008—1987 的修订。

本标准将 ZB G20 008—1987 的硝酸银滴定法修订为硫氰酸铵法,增加了取样和样品的制备以及精密密度要求。

本标准自实施之日起代替 ZB G20 008—1987。

本标准的附录 A 是标准的附录;附录 B 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国黄埔出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:梅佩兰、魏庆泉。

中华人民共和国国家出入境检验检疫行业标准

进出口化肥检验方法 氯含量的测定

Chemical analysis of fertilizers for import and export
—Determination of chloride ion content

SN/T 0736.9—1999

代替 ZB G20 008—1987

1 范围

本标准规定了进出口化肥中氯(Cl^-)含量测定的方法。

本标准适用于硫酸钾复合肥、硫酸钾、硝酸钠(钾)、硝酸铵等化肥中氯含量的测定。

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。

SN/T 0736.1—1997 进出口化肥检验方法 取样和制样

3 方法提要

在微酸性的试样溶液中,加入定量的硝酸银标准溶液,使氯离子成为氯化银沉淀,以硫酸高铁铵为指示剂,用硫氰酸铵标准溶液滴定过量的硝酸银。

4 试剂

本标准除特殊规定外,均使用分析纯试剂、蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 硝酸溶液(1+1):硝酸与水等体积混合。

4.2 硝酸银标准溶液[$c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]:称取 17 g 硝酸银,溶解于水中,稀释至 1 L。

4.3 硫酸高铁铵[$\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]溶液:溶解 40 g 硫酸高铁铵于 100 mL 水中,加入 2 mL 硝酸,使棕色消失,储于磨塞小口玻璃瓶中,备用。

4.4 氯标准溶液(1 mg/mL):准确称取 1.648 7 g 经 550~600℃灼烧 40~50 min 并烘干的基准氯化钠(NaCl)于烧杯中,用水溶解后,移入 1 L 容量瓶中,稀释至标线,摇匀,贮存在塑料瓶中。

4.5 硫氰酸铵标准溶液[$c(\text{NH}_4\text{CNS})=0.1 \text{ mol/L}$]:称取 7.6 g 硫氰酸铵溶于水中,稀释至 1 L(标定方法见附录 A)。

5 主要仪器

10 mL 微量滴定管 1 支,250 mL 容量瓶 2 个,10 mL 刻度移液管 1 支,50 mL、25 mL、20 mL、10 mL 单刻度移液管各 1 支(以实际需要而定)。

6 取样和样品的制备

按 SN/T 0736.1 进行。

7 测定步骤

称取试样 10 g(精确至 0.001 g)于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 水,充分振摇 10 min,使氯完全浸出,在室温下用水稀释至标线,摇匀,干滤。

准确吸取上述滤液适量(见附录 B),于 200 mL 三角瓶中,用水稀释至 80 mL,加入 5 mL 硝酸溶液,用微量刻度移液管加入 8 mL 硝酸银标准溶液,加热煮沸 1 min,以驱除氮的氧化物,冷却至室温。

加 2 mL 硫酸高铁铵指示剂,用硫氰酸铵标准溶液滴定过量的硝酸银,开始时剧烈摇动,近终点时缓慢摇动,直至出现桔红色 30 s 不褪为终点,记下读数。

8 分析结果的表述

氯(Cl^-)含量以质量百分数表示,按公式(1)计算。

$$X = \frac{(V_0 - V)c \times 0.03545}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——试样中氯(Cl^-)含量, %;

c ——硫氰酸铵标准溶液的浓度, mol/L;

m ——滴定时所用的试样质量, g;

V_0 ——空白试验(即 8 mL 硝酸银标准溶液)所用硫氰酸铵标准溶液的体积, mL;

V ——滴定试样所用硫氰酸铵标准溶液的体积, mL;

0.03545——与 1.00 mL 硫氰酸铵标准滴定溶液 [$c=1.000$ mol/L] 相当的以克表示的氯离子质量。

9 精密度

本标准置信概率取 95%, $r=0.03\%$, $R=0.1\%$ 。

9.1 重复性 r

在同一实验室内,同一操作员用同一试验方法与仪器对同一试样相继做两次重复试验,结果按指定置信概率的容许差小于允许差,测定精密度合格,取平均值为最终值;大于或等于允许差,测定精密度不合格,要查明原因,重做实验。

9.2 再现性 R

在任意两个不同实验室,由不同操作员、不同仪器和设备,在不同或相同时间内,用同一试验方法对同一试样所测得的两个单次试验结果,按指定置信概率的容许差,小于允许差,测定精密度合格,取平均值为最终值;大于或等于允许差,测定精密度不合格,查明原因,重做实验。

附录 A
(标准的附录)
硫氰酸铵标准溶液的标定

用移液管准确吸取 5 mL 氯标准溶液于 200 mL 三角瓶中,用水稀释至 80 mL,加入 5 mL 硝酸溶液,用微量刻度移液管加入 8 mL 硝酸银标准溶液,加热微沸 1 min,移离热源,迅速冷却至室温。

加 2 mL 硫酸高铁铵溶液,用硫氰酸铵标准溶液滴定至试液出现桔红色为终点,记下所用硫氰酸铵溶液的体积,同时进行空白试验,记下所用硫氰酸铵的体积。按公式(A1)计算硫氰酸铵标准溶液的浓度。

$$c(\text{NH}_4\text{CNS}) = \frac{m}{0.03545 \times (V_0 - V)} \quad \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中: $c(\text{NH}_4\text{CNS})$ ——硫氰酸铵溶液浓度, mol/L;

m ——所取氯标准溶液中氯离子的质量, g;

V_0 ——空白试验(即 8 mL 硝酸银标准溶液)所用硫氰酸铵标准溶液的体积, mL;

V ——回滴过量硝酸银标准溶液所用硫氰酸铵标准溶液的体积, mL;

0.03545——相当于 1.00 mL 硝酸银溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 的氯离子质量, g。

附录 B
(提示的附录)
测试时氯离子含量的范围

标准测试时的氯离子含量以 5~20 mg 为宜。例如:样品中氯离子含量约 0.5% 时,吸取试液 50 mL;样品中氯离子含量约 2% 时,吸取试液 25 mL。

如果样品中氯离子含量在 2% 以上时,可适当减少称样量,测试时溶液的氯离子含量以 5~20 mg 为宜。