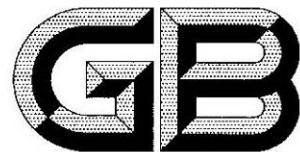


ICS 71.060.50  
X 35



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.6—2012  
代替 GB/T 13025.6—1991

## 制盐工业通用试验方法 钙和镁的测定

General test method in salt industry—  
Determination of calcium and magnesium

MACYLAB 麦新仪器  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2012-06-29 发布

2012-12-01 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



## 前 言

本部分为制盐工业通用试验方法系列标准之一,该系列标准目前分为以下 13 部分,必要时,其他试验方法标准将在后续工作中补充制定。

- GB/T 13025.1 制盐工业通用试验方法 粒度的测定;
- GB/T 13025.2 制盐工业通用试验方法 白度的测定;
- GB/T 13025.3 制盐工业通用试验方法 水分的测定;
- GB/T 13025.4 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定;
- GB/T 13025.5 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定;
- GB/T 13025.6 制盐工业通用试验方法 钙和镁的测定;
- GB/T 13025.7 制盐工业通用试验方法 碘的测定;
- GB/T 13025.8 制盐工业通用试验方法 硫酸根的测定;
- GB/T 13025.9 制盐工业通用试验方法 铅的测定;
- GB/T 13025.10 制盐工业通用试验方法 亚铁氰根的测定;
- GB/T 13025.11 制盐工业通用试验方法 氟的测定;
- GB/T 13025.12 制盐工业通用试验方法 钡的测定;
- GB/T 13025.13 制盐工业通用试验方法 砷的测定。

本部分为 GB/T 13025 的第 6 部分。

本部分依据 GB/T 1.1—2009 的规则编制。

本部分代替 GB/T 13025.6—1991《制盐工业通用试验方法 钙和镁离子的测定》,本部分与 GB/T 13025.6—1991 相比除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 取消了分光光度测定方法;
- 增加了原子吸收分析方法。

本部分由中国轻工业联合会提出,全国盐业标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:全国海湖盐标准化中心、河南省盐产品质量监督检验站。

本部分主要起草人:佟云琨、徐素玲、于秀玲、苑惠杰。

本部分历次版本发布情况为:

- GB/T 13025.6—1991。

## 制盐工业通用试验方法

### 钙和镁的测定

#### 1 范围

GB/T 13025 的本部分规定了盐产品和盐化工产品中钙和镁的测定方法。

本部分第 3 章和第 4 章容量法适用于盐产品和盐化工产品及其原料中钙和镁的测定；第 5 章原子吸收分光光度法适用于盐产品中微量钙、镁的测定，原子吸收分光光度法的检出限为：钙 0.05 mg/kg，镁 0.05 mg/kg。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

#### 3 钙的测定(容量法)

##### 3.1 原理

试样溶液调至碱性( $\text{pH} \approx 12$ )，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定，测定钙的含量。

##### 3.2 试剂

##### 3.2.1 试剂规格

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

##### 3.2.2 盐酸溶液(4 mol/L)

量取 20 mL 盐酸，加入 40 mL 水中，混匀。

##### 3.2.3 氢氧化钠溶液(2 mol/L)

将事先配制的氢氧化钠饱和溶液(100 g 氢氧化钠加 100 mL 水)放置澄清后，取 52 mL 上层清液，用水稀释至 500 mL。

##### 3.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液( $\text{pH} \approx 10$ )

称取 20 g 氯化铵，用水溶解，加入 100 mL 氨水(25%)，用水稀释至 1 L。

##### 3.2.5 氧化锌标准溶液

称取 1.63 g 于 800 °C 灼烧至恒重的氧化锌基准试剂，称准至 0.000 1 g，置于 150 mL 烧杯中，用少量水润湿，滴加盐酸溶液(3.2.2)至全部溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

氧化锌标准溶液的浓度按式(1)计算：

$$c(\text{ZnO}) = \frac{m}{81.38 \times V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c(\text{ZnO})$ ——氧化锌标准溶液的浓度;单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——称取氧化锌的质量,单位为克(g);

81.38——氧化锌的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

$V$ ——配制溶液的体积,单位为升(L)。

### 3.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液

配制:称取 37.3 g 二水合乙二胺四乙酸二钠,溶于 5 L 水中,摇匀,贮于试剂瓶中备用。

标定:吸取 20.00 mL 氧化锌标准溶液(3.2.5),置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(3.2.4)、4 滴铬黑 T 指示剂(3.2.8),用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(3.2.6)滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(2)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c(\text{ZnO}) \times V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$c(\text{ZnO})$ ——氧化锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——吸取氧化锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——EDTA 标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL)。

### 3.2.7 钙指示剂[2-羟基-1-(2-羟基-4-磺酸-1-萘偶氮基)-3-萘甲酸]

称取 0.2 g 钙指示剂及 10 g 已于 110 °C 干燥过的氯化钠,研磨混匀,贮于棕色试剂瓶中,贮存于干燥器内。

### 3.2.8 0.2% 铬黑 T 指示剂

称取 0.2 g 铬黑 T 和 2 g 盐酸羟胺,溶于无水乙醇中,用无水乙醇稀释至 100 mL,保存于棕色瓶内。

## 3.3 仪器

一般实验室仪器。

## 3.4 分析步骤

### 3.4.1 配样

称取 25 g 粉碎至 2 mm 以下的试样(氯化镁不必粉碎),称准至 0.001 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水。加热近沸至试样全部溶解,冷却后移入 500 mL 容量瓶,加水稀释至刻度,摇匀,必要时过滤。当试样中待测物质含量过高时稀释后测定。

### 3.4.2 测定

吸取一定体积(含钙 12 mg 以下)的试样溶液(3.4.1)于 150 mL 烧杯中,加水至 25 mL,加入 2 mL 氢氧化钠溶液(3.2.3)和约 10 mg 钙指示剂(3.2.7),用 EDTA 标准滴定溶液(3.2.6)滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色为止。



### 3.5 结果计算

试样中钙含量以质量分数  $\omega$  计,数值以百分数(%)表示,按式(3)计算:

$$\omega = \frac{V_1 \times c(\text{EDTA}) \times 40.078}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- $V_1$  —— 滴定钙时 EDTA 标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);  
 $c(\text{EDTA})$  —— EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);  
 40.078 —— 钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);  
 $m$  —— 所取试样的质量,单位为克(g);  
 1 000 —— 单位换算系数。

### 3.6 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 1 的规定。

表 1

钙含量/%	结果的绝对差值/%
<0.10	0.01
0.10~1.00	0.02

## 4 镁的测定(容量法)

### 4.1 原理

试样溶液调至碱性(pH $\approx$ 10),用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定,测定钙和镁的总量,然后从总量中减去钙含量即为镁含量。

### 4.2 分析步骤

吸取一定体积(含镁 12 mg 以下)的试样溶液(3.4.1)于 150 mL 烧杯中,加水至 25 mL,加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(3.2.4)、4 滴铬黑 T 指示剂(3.2.8),用 EDTA 标准溶液(3.2.6)滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止。此 EDTA 标准滴定溶液的用量为测定钙和镁的总用量。

### 4.3 结果计算

试样中镁含量以质量分数  $\omega$  计,数值以百分数(%)表示,按式(4)计算:

$$\omega = \frac{(V_2 - V_1) \times c(\text{EDTA}) \times 24.305}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $V_2$  —— 滴定钙和镁时 EDTA 标准滴定溶液的总用量,单位为毫升(mL);  
 $V_1$  —— 滴定钙时 EDTA 标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);  
 $c(\text{EDTA})$  —— EDTA 标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);  
 24.305 —— 镁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

- $m$  ——所取试样的质量,单位为克(g);  
1 000 ——单位换算系数。

#### 4.4 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表2的规定。

表 2

镁含量/%	结果的绝对差值/%
<0.10	0.01
0.10~1.00	0.02
1.01~6.00	0.05
6.01~12.00	0.10

### 5 钙镁的测定(原子吸收分光光度法)

#### 5.1 原理

试样经过湿消化后,导入原子吸收分光光度计中,经火焰原子化后,钙、镁分别吸收 422.7 nm、202.6 nm 的共振线,其吸光度与它们的含量成正比,与标准系列比较定量。

#### 5.2 试剂

##### 5.2.1 试剂规格

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

##### 5.2.2 氯化镧( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )溶液

称取 80.2 g 氯化镧,溶于水后,用水稀释至 1 000 mL。

##### 5.2.3 镁标准储备液

准确称取 1.658 g 于 800 °C 灼烧恒重的氧化镁,溶于 25 mL 盐酸及少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,贮存于聚乙烯瓶内,每毫升该溶液含 1 mg 镁。

##### 5.2.4 镁标准工作液

吸取 1.00 mL 镁标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,每毫升该溶液含 10  $\mu\text{g}$  镁。

##### 5.2.5 钙标准储备液

准确称取 2.497 3 g 105 °C~110 °C 干燥至恒重的碳酸钙,溶于 50 mL 盐酸溶液(1+4)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,贮存于聚乙烯瓶内,每毫升该溶液含 1 mg 钙。

##### 5.2.6 钙标准工作液

吸取 1.00 mL 钙标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,每毫升该溶液含 10  $\mu\text{g}$  钙。

### 5.3 仪器

#### 5.3.1 原子吸收分光光度计。

#### 5.3.2 一般实验室仪器

所用玻璃仪器均用 4 mol/L 硝酸浸泡 12 h 以上,用水冲洗干净。

### 5.4 分析步骤

#### 5.4.1 试样处理

称取 10.00 g 试样,加少量水溶解,加 2 mL 浓硝酸煮沸,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。同时做试剂空白。

#### 5.4.2 测定

##### 5.4.2.1 仪器参数

钙、镁的共振线分别为 422.7 nm、202.6 nm,将仪器调至最佳状态。

##### 5.4.2.2 钙的测定

准确吸取适量等体积(0.50 mL~2.00 mL)的试样溶液(5.4.1)分别放入 3 支 25 mL 比色管中,分别加入 0 mL,2.00 mL,4.00 mL 钙标准工作液(含钙 0 μg,20 μg,40 μg),加入 2.0 mL 氯化镧溶液,加水至刻度,摇匀;另取一只比色管,加入同体积的试剂空白溶液和氯化镧溶液,加水至刻度,摇匀,以此溶液调零,测定吸光度。

##### 5.4.2.3 镁的测定

准确吸取适量等体积(0.50 mL~2.00 mL)的试样溶液(5.4.1)分别放入 3 支 25 mL 比色管中,分别加入 0 mL、5.00 mL、10.00 mL 镁标准工作液(含镁 0 μg、50 μg、100 μg),加入 2.0 mL 氯化镧溶液(5.2.2),加水至刻度,摇匀;另取一只比色管,加入同体积的试剂空白溶液和氯化镧溶液,加水至刻度,摇匀,以此溶液调零,测定吸光度。

#### 5.4.3 结果计算

以标准加入的钙、镁质量为函数,与其对应的吸光度为自变量,建立线性回归方程。试样中钙或镁的含量以质量分数  $\omega$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(5)计算:

$$\omega = \frac{b \times 100}{10.00 \times V} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- $b$  ——线性回归方程截距的绝对值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- 100 ——配制试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 10.00——称取试样质量,单位为克(g);
- $V$  ——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

#### 5.4.4 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于其算术平均值的 10%。