

ICS 91.100.10

Q 27

CBMF

中国建筑材料协会标准

T/CBMF XXXXX—20XX

磷石膏中有机质含量测定方法

The Measurement Method for Organic Matter Content in Phosphogypsum

（征求意见稿）

20XX—XX—XX 发布

20XX—XX—XX 实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出并归口。

本文件负责起草单位：

本文件参加起草单位：

本文件主要起草人：

磷石膏中有机质含量测定方法

1. 范围

本文件主要规定了磷石膏中有机质含量的测定方法。

本文件适用于磷石膏、磷建筑石膏、煅烧后的磷石膏及其磷石膏基石膏制品等有机质含量的测定，其他工业副产石膏可参照执行。

2. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

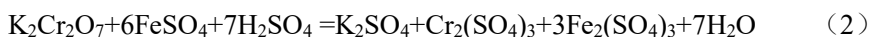
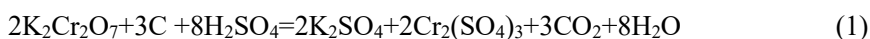
GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3. 原理

用定量的重铬酸钾—硫酸溶液，在加热条件下，使石膏中有机质中的碳氧化成二氧化碳，而重铬酸钾离子被还原成三价铬离子，剩余的重铬酸钾用硫酸亚铁标准溶液滴定，同时以二氧化硅为添加物作空白试验。根据有机碳被氧化前后重铬酸钾离子数量的变化，就可计算出有机碳的含量。

反应式如下：



4. 试剂和材料

分析过程中用水应为蒸馏水或超纯水，水质符合GB/T 6682 标准中三级或三级以上水的要求；所用试剂皆为分析纯试剂。

4.1 二氧化硅：粉末状；

4.2 硫酸银：研成粉末；

4.3 硫酸(H_2SO_4)，密度为 $1.84\text{g}/\text{cm}^3$ ；

4.4 邻啡罗啉指示剂：称取 1.485g 邻啡罗啉和 0.695g 硫酸亚铁溶于 100 mL 纯水中，贮存于棕色瓶中。

4.5 0.4mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液（ $1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{-H}_2\text{SO}_4$ ）的配制

用分析天平称取经 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘干的分析纯重铬酸钾 39.225g，溶于 400mL 蒸馏水，加热溶解，冷却后倒入 1000ml 容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度，摇匀。将重铬酸钾溶液转入

3L 大烧杯中，将大烧杯放在盛有冷水的容器内；另取 1L 浓硫酸（4.3），慢慢倒入重铬酸钾溶液中，边倒边用玻璃棒搅动，为避免溶液急剧升温，每加 100 mL 硫酸后稍停片刻，等溶液的温度降到不烫手时再加入一份硫酸，直到全部加完为止。当溶液出现结晶沉淀时，需将溶液试剂瓶放在 60~70℃ 水浴中加热，使其完全溶解，使用前摇匀。

4.6 0.2mol/L 重铬酸钾溶液（ $1/6K_2Cr_2O_7$ ）的配制

用分析天平称取经 105~110℃ 烘干的优级纯重铬酸钾 9.807g，溶于 400mL 蒸馏水，加热溶解，冷却后倒入 1000ml 容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度，定容，摇匀。

4.7 0.2 mol/L 硫酸亚铁（ $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ）标准溶液的配制

称取 56.0 g 硫酸亚铁溶于 900 ml 水中，加入 20 ml 硫酸溶液（4.3），稀释定容到 1000mL，摇匀，储于棕色瓶中备用。硫酸亚铁溶液在空气中易被氧化，使用前应摇匀并标定其浓度。

4.8 0.2 mol/L 硫酸亚铁（ $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ）标准溶液的标定

用移液管准确吸取重铬酸钾标准溶液（4.6）5ml，放入 150ml 三角瓶中，稀释到 60 ml 左右，加入 5 ml 浓硫酸（4.3）和邻啡罗啉指示剂（4.4）3~5 滴，用硫酸亚铁标准溶液（4.7）进行滴定，使溶液由黄色经绿色、蓝绿突变到棕红色为止，按式（1）计算硫酸亚铁标准溶液的浓度 C_F ，计算结果保留到小数点后四位，取三个平行实验结果的算术平均值。

$$C_F = C_K \times V_K / V_F \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C_F —硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度，mol/L

C_K —重铬酸钾标准溶液的浓度，mol/L

V_K —重铬酸钾标准溶液的体积的数值（mL）

V_F —硫酸亚铁标准滴定溶液的体积的数值（mL）

5.设备与器具

5.1 天平:不应低于四级，感量为 0.0001g。

5.2 恒温干燥箱：量程为室温~300℃，精度±1℃，附温度自动控制器。

5.3 三角瓶，150mL

5.4 大肚移液管，10mL

5.5 酸式滴定管，25mL

5.6 短颈玻璃漏斗，口直径 40mm

6. 试样的制备

按 GB/T 6679 方法取样，送往实验室样品应是具有代表性的均匀样品。采用四分法缩分至约 50 g，40±2℃ 烘干研磨后使其全部通过 0.080mm 方孔筛。将样品充分混匀后，装入带有磨口塞的瓶中密封备用。

7.测定步骤

7.1 按表 1 称取制备好的试样 0.05~0.5g，精确到 0.0001g。置入 150mL 三角瓶中，加粉末状的硫酸银（4.2）0.1g，摇动三角瓶使物料在瓶底分散开。

表 1 不同有机质含量的称样量

有机质含量%	试样称样质量 g	备注
≤2	0.5	如果试样滴定所用的硫酸亚铁溶液的毫升数达不到空白标定所耗硫酸亚铁标准溶液毫升数的 1/3 时，则应减少试样称样量，
2~7	0.3	
7~10	0.1	
>10	0.05	

7.2 用移液管（5.4）准确加入 0.4 mol/L 重铬酸钾-硫酸溶液（4.5）10 mL，悬停移液管 1min 左右，同时轻轻摇动三角瓶，使物料润湿均匀，在三角瓶上放上短颈小漏斗（5.6）。

7.3 为保障放入三角瓶后温度能快速达到 180℃，根据烘箱尺寸及放入的三角瓶的数量，预先将烘箱升温到 200℃~230℃恒温，将三角瓶放入已恒温的烘箱中，当温度下降到 180±2℃时，将烘箱快速设置到 180℃，并在达到 180℃时开始计时，保温消煮 30 min。

7.4 消煮完毕后，将三角瓶从烘箱中取出，冷却片刻，用蒸馏水冲洗漏斗内壁及外部，冲洗液全部进入三角瓶内，瓶内溶液的总体积应控制在(60~80)mL 为宜，加 3~5 滴邻啡罗啉指示剂（4.4），用硫酸亚铁标准溶液（4.7）滴定剩余的重铬酸钾。溶液的变色过程先由橙黄变为蓝绿，再变为棕红，即达到终点。记下硫酸亚铁标准溶液的用量，准确到 0.01mL。

7.5 每批试样测定必须同时做 3 个空白实验，取 0.5g 粉末二氧化硅，代替试样，其他步骤与试样测定相同，取其平均值。

7.6 如果试样滴定所用的硫酸亚铁溶液的毫升数达不到空白实验所耗硫酸亚铁标准溶液毫升数的 1/3 时，则应减少试样称样量，重新测定。

7.7 结果计算

石膏中有机质含量用有机碳含量来表示，由式(2) 计算

$$X = \frac{(V_0 - V_1)C_F \times 3}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X——石膏有机碳含量，%；

V₀——空白滴定时消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，mL；

V₁——测定试样时消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，mL；

C_F——硫酸亚铁标准溶液的浓度，mol/L；

3——1/4 碳原子的摩尔质量数，g/mol；

m——试样的质量，g。

试验结果取三次平行试样的算术平均值，精确至 0.01%。当三个数值中有一个数值超出平均值 $\pm 10\%$ 时，应剔除这个数值后取剩下两个数值的平均值作为测量结果，若剩下两个值中有超出其平均值 $\pm 10\%$ 时，则此组数据作废，应重新取样检测；当三个数值中有两个数值超出平均值 $\pm 10\%$ 时，则此组数据作废，应重新取样检测。

7.8 允许差

在重复性条件下获得的独立测试结果的绝对差值不大于 0.03%，在再现性条件下获得的测试结果的绝对差值不大于 0.04%。
