

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2156—2012

纤维玻璃原料及配合料 COD 值的测定

Determination of COD in raw material and batch of fiber glass

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国玻璃纤维标准化技术委员会 (SAC/TC 245) 归口。

本标准负责起草单位：南京市玻璃纤维研究设计院有限公司、巨石集团有限公司。

本标准参加起草单位：姜堰市华晨仪器有限公司。

本标准主要起草人：吴永坤、沙德仁、李勇、石玉强。

本标准为首次发布。

纤维玻璃原料及配合料 COD 值的测定

1 范围

本标准规定了两种测定纤维玻璃原料及配合料 COD_C 值的方法：

——方法 A：硫酸消解法；

——方法 B：硫磷混酸消解法。

本标准适用于池窑法生产玻璃纤维的各种矿物原料及配合料，也适用于生产玻璃球的各种矿物原料及配合料。

本标准中的方法 B 仅适用于不含有高岭土的配合料和矿物原料。

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 分析实验室用水规格和实验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

COD_C

在一定条件下，氧化 1 kg 矿物原料或配合料中的还原性物质所消耗的氧化剂量，折合成 C 表示。

4 通则

4.1 仪器

4.1.1 分析天平：分度值 0.1 mg。

4.1.2 消解装置：由电加热装置、锥形烧瓶、回流冷凝管组成，电加热装置应带有温控调节器，保证在整个消解过程中试样始终处于微沸状态。

4.1.3 实验室常用玻璃仪器：容量瓶、移液管、滴定管等。

4.2 试验用水

蒸馏水或去离子水，应符合 GB/T 6682 的规定。

4.3 试验次数

同一试样应由同一操作者进行至少 2 次平行测定，取其算术平均值。

5 试样制备

将约 10 g 经研磨后的试样贮存于称量瓶中，置于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中烘干不少于 1 h，干燥器中冷却至室温后称量。试样制备过程中应避免引入杂质。

注：试样贮存于塑料制品中可能会引起 COD_C 值的增加。

6 方法 A：硫酸消解法

6.1 原理

在浓硫酸的强酸性条件下，以硫酸银作催化剂，用硫酸汞消除氯离子的干扰，试样中还原性物质(有机的和无机的)与过量的重铬酸钾标准溶液反应，经加热沸腾回流充分反应后，过量的重铬酸钾以试亚铁灵作指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液回滴，根据消耗的硫酸亚铁铵的用量计算出试样中还原性物质(有机的和无机的)的质量分数，折合成碳(C)表示。

6.2 试剂

6.2.1 硫酸(H_2SO_4 ，密度约 1.84 g/mL)，分析纯。

6.2.2 硫酸银(Ag_2SO_4)，分析纯。

6.2.3 硫酸汞(HgSO_4)，分析纯。

6.2.4 硫酸-硫酸银溶液：于 1 000 mL 硫酸中加入 10 g 硫酸银，放置 1~2 天使之溶解，使用前小心摇匀。

6.2.5 重铬酸钾标准溶液 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.2500 \text{ mol/L}$ 。

准确称取预先在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 的基准重铬酸钾 12.258 g，溶于水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.2.6 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.15 \text{ mol/L}$ 。

配制：称取 60 g 硫酸亚铁铵溶于 500 mL 水中，边搅拌边加入 20 mL 硫酸，使其溶解，冷却，用水稀释至 1 000 mL，摇匀。使用前用重铬酸钾标准溶液进行标定。

标定：吸取 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液于锥形瓶中，加入 100 mL 水、30 mL 硫酸-硫酸银溶液，混匀，待冷却后加入 2~3 滴试亚铁灵指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定溶液由黄色经蓝绿色刚变为红褐色为终点。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的标定浓度 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，单位为摩尔每升(mol/L)，按公式(1)计算：

$$c = \frac{0.2500 \times V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

0.2500——重铬酸钾标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——移取重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V ——消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

6.2.7 试亚铁灵指示剂：称取 1.5 g 邻菲罗啉，0.7 g 硫酸亚铁溶于水中，稀释至 100 mL，贮存于棕色试剂瓶。

6.3 分析步骤

根据表 1 称取试样，精确至 0.0001 g，置于 250 mL 锥形烧瓶中。加入 0.1 g~0.2 g 硫酸汞(视试样中氯离子含量定)，用 20.0 mL 水将试样润湿。移入 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液，摇匀，再缓慢加入 30 mL 硫酸-硫酸银溶液，摇匀。

将锥形瓶置于电加热装置上，接到回流冷凝管下端，打开加热器加热。自溶液开始沸腾时计时，保持微沸状态(120±5)min。冷却，用 40 mL 水自冷凝管上端冲洗冷凝管内壁后，取下锥形瓶，再用水稀释至 140 mL。将溶液冷却至室温后，加入 2~3 滴试亚铁灵指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色为终点。

同时进行空白试验，采用与试样测定完全相同的分析步骤、试剂和用量，进行平行操作。

表1 试样 COD_C 值和称取试样的质量

COD _C 值 mg/kg	称取试样质量 g
≤450	2
450~1 800	1
≥1 800	0.5

6.4 结果计算

试样 COD_C 值，单位为毫克每千克(mg/kg)，按公式(2)计算，修约成整数：

$$COD_C = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 3.003 \times 1000}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- c——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- V₁——空白试验所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V₂——试样所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- m——试样的质量，单位为克(g)；
- 3.003—— $\frac{1}{4}C$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

6.5 精密度

重复性限为 5%。

由于缺乏有效的实验室间的测试数据，暂不能确定本测试方法的再现性限。当获得实验室间的试验数据后，将在以后的修订版中增加再现性限。

7 方法 B：硫磷混酸消解法

7.1 原理

在硫磷混酸的强酸性条件下，以硫酸银作催化剂，用硫酸汞消除氯离子的干扰，试样中还原性物质(有机的和无机的)与过量的重铬酸钾标准溶液反应，经加热沸腾回流充分反应后，过量的重铬酸钾以试亚铁灵作指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液回滴，根据消耗的硫酸亚铁铵的用量计算出试样中还原性物质(有机的和无机的)的质量分数，折合成碳(C)表示。

7.2 试剂

- 7.2.1 硫酸(H₂SO₄，密度约 1.84 g/mL)，分析纯。
- 7.2.2 磷酸(H₃PO₄，密度约 1.68 g/mL)，分析纯。
- 7.2.3 硫酸银(Ag₂SO₄)，分析纯。

7.2.4 硫酸汞(HgSO₄), 分析纯。

7.2.5 硫磷混酸-硫酸银溶液: 于 800 mL 硫酸中加入 10 g 硫酸银, 放置(1~2)天使之溶解, 溶解后, 加入 200 mL 磷酸, 使用前小心摇动;

7.2.6 重铬酸钾标准溶液 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.2500 \text{ mol/L}$ 。

准确称取预先在(105±2)℃干燥 2 h 的基准重铬酸钾 12.258 g, 溶于水中, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.2.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.15 \text{ mol/L}$ 。

配制: 称取 60 g 硫酸亚铁铵溶于 500 mL 水中, 边搅拌边加入 20 mL 硫酸, 使其溶解, 冷却, 用水稀释 1 000 mL, 摇匀。使用前用重铬酸钾标准溶液进行标定。

标定: 吸取 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液于锥形瓶中, 加入 100 mL 水、30 mL 硫磷混酸-硫酸银溶液, 混匀, 待冷却后加 2~3 滴试亚铁灵指示剂, 用硫酸亚铁铵标准溶液滴定溶液由黄色经蓝绿色刚变为红褐色为终点。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的标定浓度 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, 单位为摩尔每升(mol/L), 按公式(3)计算:

$$c = \frac{0.2500 \times V_1}{V} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

0.250 0——重铬酸钾标准溶液的摩尔浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——移取重铬酸钾标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V ——消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

7.2.8 试亚铁灵指示剂: 称取 1.5 g 邻菲罗啉, 0.7 g 硫酸亚铁溶于水中, 稀释至 100 mL, 贮存于棕色试剂瓶。

7.3 分析步骤

根据表 2 称取试样, 精确至 0.000 1 g, 置于 250 mL 锥形烧瓶中。加入 0.1 g~0.2 g 硫酸汞(视样品中氯离子含量定), 用 20.0 mL 水将试样润湿。移入 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液, 摇匀, 再缓慢加入 30 mL 硫磷混酸溶液, 摇匀。

将锥形瓶置于电加热装置上, 接到回流冷凝管下端, 打开加热器加热。自溶液开始沸腾时计时, 保持微沸状态(30±2)min。冷却, 用 40 mL 水自冷凝管上端冲洗冷凝管内壁后, 取下锥形瓶, 再用水稀释至 140 mL。将溶液冷却至室温后, 加入 3 滴试亚铁灵指示剂, 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液的颜色由黄色经蓝绿色变为红褐色为终点。记下硫酸亚铁铵标准滴定溶液消耗的毫升数。

表2 试样 COD_C 值和称取试样的质量

COD _C 值 mg/kg	称取试样质量 g
≤450	2
450~1 800	1
≥1 800	0.5

同时进行空白试验, 采用与试样测定完全相同的分析步骤、试剂和用量, 进行平行操作。

7.4 结果计算

试样 COD_C, 单位为毫克每千克(mg/kg), 按公式(4)计算, 修约成整数:

$$\text{COD}_c = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 3.003 \times 1000}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- V_1 ——空白试验所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_2 ——试样所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- m ——试样的质量，单位为克(g)；
- 3.003—— $\frac{1}{4}C$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

7.5 精密度

重复性限为 5%。

由于缺乏有效的实验室间的测试数据，暂不能确定本测试方法的再现性限。当获得实验室间的试验数据后，将在以后的修订版中增加再现性限。

中 华 人 民 共 和 国
建 材 行 业 标 准
纤维玻璃原料及配合料 COD 值的测定
JC/T 2156—2012

*

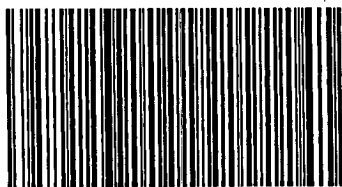
中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心
(原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
地矿经研院印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013 年 4 月第一版 2013 年 4 月第一次印刷
印数 1—400 定价 16.00 元
书号:155160·218

*

编号:0873



JC/T 2156—2012

网址:www.standardcnjc.com 电话:(010)51164708
地址:北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编:100024
本标准如出现印装质量问题,由发行部负责调换。