



中华人民共和国国家标准

GB/T 23834.3—2009



硫酸亚锡化学分析方法 第3部分：碱金属和碱土金属硫酸盐 总量的测定 重量法

Chemical analysis method for stannous sulfate—
Part 3: Determination of alkali metals sulfate and alkaline-
earth metals sulfate—Gravimetric method

2009-05-18 发布

2010-02-01 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

GB/T 23834—2009《硫酸亚锡化学分析方法》分为六个部分：

- 第1部分：硫酸亚锡含量的测定 重铬酸钾滴定法
- 第2部分：盐酸不溶物的测定 重量法
- 第3部分：碱金属和碱土金属硫酸盐总量的测定 重量法
- 第4部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第5部分：砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法
- 第6部分：铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

本部分为 GB/T 23834 的第3部分。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本部分负责起草单位：精细化学品集团有限公司、云南锡业集团有限责任公司、中海油天津化工研究设计院。

本部分主要起草人：金洪海、何莹莹、杨自华、刘幽若、郭凤鑫。

本部分为首次发布。

硫酸亚锡化学分析方法

第3部分:碱金属和碱土金属硫酸盐总量的测定 重量法

1 范围

本部分规定了硫酸亚锡中碱金属和碱土金属硫酸盐总量的测定分析方法原理、安全提示、一般规定、分析步骤、结果计算。

本部分适用于硫酸亚锡中碱金属和碱土金属硫酸盐含量的测定。测定范围:0.02%~0.20%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 23834 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 方法原理

试样用盐酸-氢溴酸、过氧化氢溶解,盐酸-氢溴酸挥发排锡,用硫代乙酰胺沉淀分离重金属,灼烧为硫酸盐进行称量,测定碱金属及碱土金属硫酸盐总量。

4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 603 或 HG/T 3696.3 之规定制备。

6 试剂

- 6.1 过氧化氢(30%);
- 6.2 硫酸溶液:1+1;
- 6.3 盐酸-氢溴酸:市售试剂等体积混合;
- 6.4 硫代乙酰胺:50 g/L。

7 仪器、设备

高温炉:750℃~800℃。

8 分析步骤

8.1 试料处理

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.000 1 g。将试料置于 200 mL 烧杯中,在通风橱内,加入 10 mL 盐酸-氢溴酸,边摇动边滴加过氧化氢至产生棕红色溴并过量 2 滴,小火加热蒸发至干。稍冷,加入 5 mL 盐酸-氢溴酸,小火加热蒸发至干。如此重复加入盐酸-氢溴酸处理 5 次。

8.2 沉淀分离

加入 15 mL 水,盖表皿,低温加热煮沸使盐类溶解,保持微沸并蒸发至 5 mL,冷却至室温,加入 5 mL 硫代乙酰胺,摇匀。放置 10 min,用慢速定量滤纸过滤,滤液用已于 750 °C~800 °C 高温炉中灼烧至恒重的瓷坩埚收集,用少量水洗烧杯 1 次、洗滤纸 3 次。

8.3 蒸发、灼烧

加入 2 滴硫酸于滤液中,低温加热蒸发至冒尽硫酸烟,将坩埚置于 750 °C~800 °C 高温炉中灼烧 30 min(准确计时)。取出,置于干燥器中冷却至室温(与空坩埚灼烧后冷却时间基本一致),称量。同时做空白试验。

8.4 空白试验

空白试验除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与测定试验相同。

9 结果计算

碱金属和碱土金属硫酸盐含量以碱金属和碱土金属硫酸盐的质量分数 w 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——空坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——残渣和坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——空白试验的残渣质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

实验室之间分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列。

表 1 实验室之间分析结果的差值

%

碱金属及碱土金属硫酸盐含量	绝对差值
0.02~0.10	0.02
0.10~0.20	0.03