



中华人民共和国国家标准

GB/T 23834.2—2009

硫酸亚锡化学分析方法 第2部分：盐酸不溶物的测定 重量法

Chemical analysis method for stannous sulfate—
Part 2: Determination of insoluble substance in hydrochloric acid—
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 发布
中国国家标准化管理委员会

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：砷含量的测定法 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2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：王宙晖、何莹莹、海兰、郭凤鑫、刘幽若。

本部分为首次发布。

硫酸亚锡化学分析方法

第2部分：盐酸不溶物的测定 重量法

1 范围

本部分规定了硫酸亚锡中盐酸不溶物含量的测定分析方法原理、安全提示、一般规定、试剂、仪器、分析步骤和结果计算。

本部分适用于硫酸亚锡中盐酸不溶物含量的测定。测定范围：0.001%~0.05%。

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）或修订版本均不适用于本部分，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

硫酸亚锡是可溶性盐，但是二价锡离子极易水解生成氢氧化亚锡 $[\text{Sn}(\text{OH})_2 K_{\text{sp}} = 1.4 \times 10^{-28}]$ ，因而用盐酸溶解，经过滤，洗涤，烘干，获得盐酸不溶物的含量。

4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，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 盐酸；

6.2 盐酸溶液：2+1；

6.3 硝酸银溶液：10 g/L。

7 仪器、设备

7.1 玻璃砂坩埚：砂芯孔径为 $5\ \mu\text{m}$ ~ $15\ \mu\text{m}$ 。

玻璃砂坩埚应经常用 1+1 盐酸煮沸 15 min~30 min，再用自来水冲洗干净，用三级水冲洗三遍后，再浸在三级水中煮沸 15 min 后，趁热抽滤，于 $105\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

7.2 电热恒温干燥箱:控制温度 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

8 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于盛有 20 mL 盐酸(6.1)的 250 mL 烧杯中溶解,加水稀释至 50 mL,加热煮沸。趁热用已在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,残渣分别以 5 mL 盐酸溶液(6.2)洗涤 5 次,再用约 200 mL 热水洗至无氯离子为止(用硝酸银溶液检查)。将盛有盐酸不溶物的玻璃砂坩埚于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

9 分析结果的表述

盐酸不溶物的质量分数用 w 表示,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚及盐酸不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

所得结果表示至 3 位小数。若盐酸不溶物含量(质量分数)小于 0.010% 时,表示至 4 位小数。

取两次平行测定算术平均值为测定结果,两次测定结果的绝对差值应不大于 0.001%。