

ICS 77.120
H 60



中华人民共和国国家标准

GB/T 22660.8—2008

GB/T 22660.8—2008

氟化锂化学分析方法 第 8 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法

Chemical analysis methods of lithium fluoride—
Part 8: Determination of sulphate content—
Barium sulphate gravimetric method

中华人民共和国
国家标准
氟化锂化学分析方法
第 8 部分：硫酸根含量的测定
硫酸钡重量法
GB/T 22660.8—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 5 千字
2009 年 3 月第一版 2009 年 3 月第一次印刷

*
书号：155066·1-35917 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 22660.8—2008

2008-12-29 发布

2009-11-01 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

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.1)置于 250 mL 的烧杯中,再加入 2.0 g 硼酸(4.1)用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2),用热水冲洗至 100 mL 左右,在电炉上加热至沸,试料完全溶解。趁热过滤,以除去样品或硼酸中可能带有的杂质,反复洗涤烧杯 5 次~6 次。在搅拌下,向滤液中缓慢加入 10 mL 沸热的氯化钡溶液,用玻璃表面皿盖上烧杯,在室温下将沉淀静置 16 h。

7.4.2 将沉淀用致密滤纸过滤,先用倾斜法洗涤,再将沉淀转入滤纸中,用沸水洗涤沉淀,直到滤液不显酸性为止。(用甲基橙溶液滴于滤液中若滤液呈红色则继续洗涤直至溶液变成黄色为止)。

7.4.3 将盛有沉淀的滤纸置于预先在 850 °C±20 °C 加热并于干燥器中冷却称量的坩埚中,然后移入电炉上,由低温到高温逐渐灰化滤纸,灰化完毕在 850 °C±20 °C 灼烧 30 min。取出置于干燥器中冷却至室温,如果灼烧后沉淀是白色的,即可称量。若沉淀是灰色则表示有石墨状碳存在,用几滴硫酸润湿,再置于 850 °C±20 °C 高温炉灼烧 15 min,取出置于干燥器中冷却至室温,称量,记为 m_2 。

8 分析结果的计算

按公式(1)计算硫酸根的质量分数(%):

$$w(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{0.4116(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

0.4116——硫酸钡换算成硫酸根的系数;

m_2 ——试料测定时硫酸钡的质量,单位为克(g);

m_1 ——空白测定时硫酸钡的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得。

硫酸根的质量分数/%: 0.057 0.084 0.100

重复性限 r /%: 0.005 0.018 0.021

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

硫酸根的质量分数/%	允许差/%
≤0.6	0.03

10 质量保证与控制

分析时,用部分样品或控制样品进行校核,或每年至少用部分样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

前 言

GB/T 22660《氟化锂化学分析方法》分为 8 部分:

——第 1 部分:试样的制备和贮存;

——第 2 部分:湿存水含量的测定 重量法;

——第 3 部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法;

——第 4 部分:镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 5 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 6 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 7 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;

——第 8 部分:硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为 GB/T 22660 的第 8 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:多氟多化工股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:湖南有色氟化学有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分主要起草人:薛旭金、许随军、李永强、施秀华、王红星、陈义春、朱亮、黎志坚、王春霞、兰文慧。