

阴极碳酸盐中碳酸钡含量的测定  
重铬酸钾碘量滴定法

GB 10304.2-88

Determination of BaCO<sub>3</sub> in  
cathode carbonate by dichromate iodimetry

本方法规定了碳酸盐中碳酸钡的测定方法。适用于各种牌号的阴极碳酸盐。

### 1 方法提要

试样以硝酸溶解,在乙酸和乙酸铵存在下,用重铬酸铵沉淀钡,过量的重铬酸铵在一定条件下与碘化钾作用,游离出碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定游离碘,即可求出试样中碳酸钡的含量。

### 2 试剂及溶液

碘化钾(固体);  
硝酸溶液:1:1;  
冰乙酸溶液:99%;  
乙酸铵溶液:30%;  
重铬酸铵溶液:20%;  
盐酸溶液:1:3;  
氢氧化铵溶液:1:1;  
淀粉溶液:1%;  
硫代硫酸钠标准溶液:0.1N。

### 3 分析步骤

称取试样 2.000 0g 置于 100mL 烧杯中,加水 20mL、1:1 硝酸 7~10mL,微热使试样全部溶解后并加热至沸。冷却,用氢氧化铵中和至微碱性,加乙酸 2mL、30% 乙酸铵 6mL。再加热煮沸。冷却后移入 100mL 容量瓶中,准确加入 20% 的重铬酸铵 10mL,以水稀释至刻度,摇匀,置于 60℃ 的水浴上保温 1h。冷却,干过滤(按此操作制备空白溶液一份)。移取滤液 10mL,置于 30mL 锥形瓶中,加水 20mL、30% 盐酸 20mL、碘化钾 6g,摇匀,置于暗处,放置 10min。以 0.1N 的硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈黄色,加 0.1% 淀粉溶液 5mL,继续滴定,当溶液由黄变亮绿色即为终点。

空白溶液的制备:准确吸取 20% 的重铬酸铵 10mL 于 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

### 4 计算

试样中碳酸钡的含量按下式计算: