



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.8—2008

GB/T 21994.8—2008

氟化镁化学分析方法 第 8 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法

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

中华人民共和国
国家标准
氟化镁化学分析方法
第 8 部分：硫酸根含量的测定
硫酸钡重量法
GB/T 21994.8—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 6 千字
2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

*
书号：155066·1-32569 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 21994.8—2008

2008-06-09 发布

2008-12-01 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

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 称取 3.75 g 碳酸钠(4.1)和 1.25 g 硼酸(4.2)置于铂皿中,加入试料(7.1),小心混合,放入高温炉(5.4)中,控制温度 850℃,熔融 30 min,取出、冷却。

7.4.2 往铂皿中加入 15 mL 水,分次加入 25 mL 高氯酸(4.3),加热至皿内熔融物完全溶解。在电炉上缓慢蒸发至干,冷却,再加入 10 mL 盐酸(4.5),加热到残渣完全溶解,将铂皿中的溶液移入到 500 mL 烧杯中,用热水洗涤至溶液体积约 300 mL。

注:进行高氯酸的蒸发必须在无氨或硝酸蒸气的良好通风橱内进行。

7.4.3 将溶液加热至沸,在搅拌下,缓慢加入 20 mL 热的氯化钡溶液(4.6),用表皿盖上烧杯,在室温下静置 16 h。

7.4.4 将沉淀用定量慢速滤纸过滤,先用倾泻法洗涤,再将沉淀转入滤纸中,用沸水洗涤沉淀,直到在 10 mL 滤液中加入 10 mL 硝酸银-硝酸溶液(4.7)后,滤液在 5 min 内保持澄清为止。

7.4.5 将滤纸和沉淀置于预先在 850℃ 加热并于干燥器中冷却后称量的铂坩中,置于 110℃ 烘箱中干燥 1 h,移到电炉上,先低温干燥、灰化,然后放入 850℃ 马弗炉中灼烧 30 min(避免滤纸燃烧),取出,置于干燥器中冷却到室温;如灼烧后沉淀为白色即可称量,如灼烧后沉淀显灰色表示有石墨状碳存在,用几滴硫酸(4.4)润湿,再置于 850℃ 马弗炉中灼烧 15 min,取出,置于干燥器中冷却至室温后称量。

8 分析结果的计算

按公式(1)计算硫酸根的质量分数(%):

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

式中:

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);

0.4116——硫酸钡换算成硫酸根的系数。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两次测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)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(%):	0.23	0.91	0.93
重复性限 r (%):	0.078	0.13	0.14

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 1 所列允许差:

表 1

硫酸根的质量分数/%	允许差/%
≤0.80	0.10
>0.80~1.50	0.15

前 言

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分:

- 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 EDTA 容量法;
- 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。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位:湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位:多氟多化工股份有限公司、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人:黎志坚、廖志辉、陈湘渝、朱亮、薛旭金、王建萍、郭贤慧、王波、李冶。