

ICS 71.040.40  
G 10



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23278.8—2009

GB/T 23278.8—2009

## 锡酸钠化学分析方法 第 8 部分：硝酸盐含量的测定 离子选择电极法

Methods for chemical analysis of sodium stannate—  
Part 8: Determination of nitrate content—Ion selective electrode method

中华人民共和国  
国家标准  
锡酸钠化学分析方法  
第 8 部分：硝酸盐含量的测定  
离子选择电极法  
GB/T 23278.8—2009

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

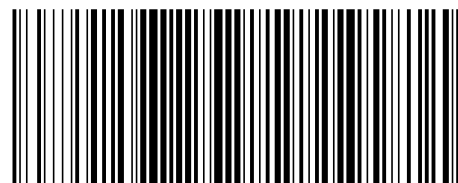
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
电话：68523946 68517548

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  
2009 年 6 月第一版 2009 年 6 月第一次印刷

书号：155066·1-37122 定价 14.00 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 23278.8—2009

2009-01-05 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

## 6 分析步骤

## 6.1 试料

按表 1 称取试样( $m$ ),精确至 0.000 1 g。

表 1 试料称量表

硝酸盐/%	试料/g	硫酸(3.2)/mL	测定溶液体积/mL
0.020~0.050	2.5	1.7	50
>0.050~0.60	2.0	1.5	100

## 6.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

## 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。称取 1.620 0 g 硫酸亚锡(3.1)于一组 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硫酸(3.2)和 1 mL 过氧化氢(30%),加热溶解完全,蒸发至近干,吹少许水溶解,加 1.5 mL 硫酸(3.2),用氢氧化钠溶液(3.4)中和至 pH 为 1,使大量锡沉淀,冷却至室温,用水移入 50 mL 容量瓶中,混匀,过滤,备用。

## 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,不断摇动下加 10 mL 使试样溶解完全,按表 1 滴加硫酸(3.2)中和试液至沉淀完全,并补加 5 mL~10 mL 水摇散沉淀(pH 为 1),冷却至室温,用水移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度( $V_0$ ),混匀。过滤。

6.4.2 移取 20.00 mL 滤液( $V_1$ )于 50 mL 或 100 mL 容量瓶( $V_2$ )中,加入 5 mL 或 10 mL 硫酸铝-硫酸银-硼酸溶液(3.5),0.5 mL 氨基磺酸溶液(3.6),1 滴甲基橙溶液(3.7),用氢氧化钠溶液(200 g/L 和 20 g/L)及硫酸(3.3)调至溶液刚变黄色,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 将上述溶液全部过滤于干燥的 50 mL 或 100 mL 烧杯中,放入搅拌子,插入硝酸根离子选择电极和参比电极,在电磁搅拌下,于离子计或 pH/mV 测量仪上测量平衡电位值,从工作曲线上查出相应的硝酸盐浓度( $c$ )。

注:平衡单位系指搅拌状态下,电极电位每分钟的变化不大于 0.2 mV。

## 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0.20 mg、0.50 mg、1.0 mg、2.0 mg、5.0 mg、10.0 mg、20.0 mg、50.0 mg、100.0 mg 硝酸盐标准溶液(3.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 20 mL 试料空白(6.3),以下按 6.4.2~6.4.3 操作。

6.5.2 按硝酸盐浓度由低到高的次序与试液同时进行测定。以硝酸盐浓度值的负对数值为横坐标,电位值为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

硝酸盐含量以硝酸盐含量的质量分数  $w(\text{NO}_3^-)$  计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{NO}_3^-) = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho$ ——自工作曲线上查得的硝酸盐的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$V_0$ ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后三位。若硝酸盐含量小于 0.010% 时,表示至小数点后四位。

## 前 言

GB/T 23278《锡酸钠化学分析方法》共分为 8 个部分:

- 第 1 部分:锡量的测定 碘酸钾滴定法;
- 第 2 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第 3 部分:砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法;
- 第 4 部分:铅量的测定 原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:铈量的测定 孔雀绿分光光度法;
- 第 6 部分:游离碱的测定 中和滴定法;
- 第 7 部分:碱不溶物的测定 重量法;
- 第 8 部分:硝酸盐含量的测定 离子选择电极法。

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。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由柳州华锡集团有限公司、云南红河出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人:赵如琳、海兰、张红玲、蔡茜、白艳华、林文霜、覃玉秋、张静。