



中华人民共和国国家标准

GB/T 23834.3—2009

GB/T 23834.3—2009

硫酸亚锡化学分析方法 第3部分：碱金属和碱土金属硫酸盐 总量的测定 重量法

Chemical analysis method for stannous sulfate—
Part 3: Determination of alkali metals sulfate and alkaline-
earth metals sulfate—Gravimetric method

中华人民共和国
国家标准
硫酸亚锡化学分析方法
第3部分：碱金属和碱土金属硫酸盐
总量的测定 重量法
GB/T 23834.3—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
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7月第一版 2009年7月第一次印刷

书号：155066·1-38024 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 23834.3—2009

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
中国国家标准化管理委员会 发布

8 分析步骤

8.1 试料处理

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.000 1 g。将试料置于 200 mL 烧杯中,在通风橱内,加入 10 mL 盐酸-氢溴酸,边摇动边滴加过氧化氢至产生棕红色溴并过量 2 滴,小火加热蒸发至干。稍冷,加入 5 mL 盐酸-氢溴酸,小火加热蒸发至干。如此重复加入盐酸-氢溴酸处理 5 次。

8.2 沉淀分离

加入 15 mL 水,盖表皿,低温加热煮沸使盐类溶解,保持微沸并蒸发至 5 mL,冷却至室温,加入 5 mL 硫代乙酰胺,摇匀。放置 10 min,用慢速定量滤纸过滤,滤液用已于 750 °C~800 °C 高温炉中灼烧至恒重的瓷坩埚收集,用少量水洗烧杯 1 次、洗滤纸 3 次。

8.3 蒸发、灼烧

加入 2 滴硫酸于滤液中,低温加热蒸发至冒尽硫酸烟,将坩埚置于 750 °C~800 °C 高温炉中灼烧 30 min(准确计时)。取出,置于干燥器中冷却至室温(与空坩埚灼烧后冷却时间基本一致),称量。同时做空白试验。

8.4 空白试验

空白试验除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与测定试验相同。

9 结果计算

碱金属和碱土金属硫酸盐含量以碱金属和碱土金属硫酸盐的质量分数 w 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——空坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——残渣和坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——空白试验的残渣质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

实验室之间分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列。

表 1 实验室之间分析结果的差值 %

碱金属及碱土金属硫酸盐含量	绝对差值
0.02~0.10	0.02
0.10~0.20	0.03

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 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 3 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:金洪海、何莹莹、杨自华、刘幽若、郭凤鑫。

本部分为首次发布。