

ICS 71.040.40
G 85



中华人民共和国国家标准

GB/T 10304—2008
代替 GB/T 10304.1~10304.12—1988

GB/T 10304—2008

阴极碳酸盐分析方法

Analytical method of cathode carbonate

中华人民共和国
国家标准
阴极碳酸盐分析方法
GB/T 10304—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 1 字数 20 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

书号: 155066·1-34027 定价 16.00 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 10304—2008

2008-07-02 发布

2009-02-01 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

W_2 ——灼烧后试样与坩埚质量,单位为克(g);
 G ——试样质量,单位为克(g)。

前 言

本标准代替 GB/T 10304.1—1988《阴极碳酸盐分析方法通则》、GB/T 10304.2—1988《阴极碳酸盐中碳酸钡含量的测定—重铬酸钾碘量滴定法》、GB/T 10304.3—1988《阴极碳酸盐中碳酸钙含量的络合滴定测定》、GB/T 10304.4—1988《阴极碳酸盐中碳酸钙、碳酸镉的原子吸收分光光度测定》、GB/T 10304.5—1988《阴极碳酸盐中硝酸根的测定》、GB/T 10304.6—1988《阴极碳酸盐中钠的原子吸收分光光度测定》、GB/T 10304.7—1988《阴极碳酸盐中盐酸不溶物的测定》、GB/T 10304.8—1988《阴极碳酸盐中铁的测定》、GB/T 10304.9—1988《阴极碳酸盐中氯根的测定》、GB/T 10304.10—1988《阴极碳酸盐中硫酸根的测定》、GB/T 10304.11—1988《阴极碳酸盐中重金属(以 Pb 计)的测定》、GB/T 10304.12—1988《阴极碳酸盐中灼烧失重的测定》。

本标准整合并调整了 GB/T 10304.1~10304.12—1988 中适用的内容,与 GB/T 10304.1~10304.12—1988 相比主要变化如下:

- 按照 GB/T 1.1—2000 和 GB/T 1.2—2002,对标准内容重新编排;
- 增加了“前言”;
- 增加了“规范性引用文件”;
- 将“方法要点”统一表述为“原理”;
- 在阴极碳酸盐中碳酸钡含量的测定中增加了硫代硫酸钠的配制和标定方法;
- 在阴极碳酸盐中碳酸钙含量的测定和阴极碳酸盐中碳酸钙、碳酸镉含量的测定中将“按照样品牌号配制标准系列”更改为“按照样品预期牌号(参见 GB/T 10306—1988)配制标准系列”;
- 在阴极碳酸盐中硝酸根的测定中,删除了其中的氧化还原滴定法。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量和控制标准化技术委员会分析仪器分技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家有色金属及电子材料分析测试中心、北京分析仪器研究所。

本标准主要起草人:郑永章、马雅娟。

本标准所替代标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 10304.1~10304.12—1988。

2 min,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。铁的浓度为 0.1 mg/mL。

10.4 分析步骤

称取 1.000 0 g 试样放在 100 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸(10.3.1),加入 4 滴硝酸(10.3.3),煮沸 2 min~3 min,冷却。移入 50 mL 比色管中,加入 5 mL 硫氰酸铵(10.3.4),用水稀释至 25 mL,加入 10 mL 异戊醇(10.3.5),摇匀,萃取。

吸取 0.3 mL 铁标准溶液(10.3.6)于 50 mL 比色管内,加 5 mL 盐酸(10.3.1),加入 4 滴硝酸(10.3.3),加入 5 mL 硫氰酸铵(10.3.4),用水稀释至 25 mL,加入 10 mL 异戊醇(10.3.5),摇匀,萃取。

将试样溶液与标准溶液比较,试样溶液血红色浅于标准溶液颜色即为合格。

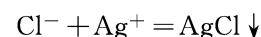
11 阴极碳酸盐中氯离子的测定——浊度法

11.1 适用性

本方法适用于阴极碳酸盐中微量氯离子的测定方法。

11.2 原理

硝酸银与氯离子反应生成白色氯化银,通过浊度分析测定氯离子含量。其反应方程式如下:



11.3 试剂

11.3.1 氯化钾。

11.3.2 硝酸银溶液:0.1 mol/L。

11.3.3 硝酸(1+3)。

11.3.4 氯离子标准溶液:

称取在 105 °C 烘干的氯化钾 2.103 0 g 于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。氯离子浓度为 1 mg/mL。吸取此溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度。氯离子浓度为 0.1 mg/mL。

11.4 分析步骤

称取 1.000 0 g 试样放在 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水,6 mL 硝酸(11.3.4),加热溶解,过滤到 50 mL 比色管中,加入 1 mL 硝酸银溶液(11.3.2),用水稀释至刻度,摇匀。

吸取氯离子标准溶液 0.3 mL 于 50 mL 比色管内,加 6 mL 硝酸(11.3.4),加入 1 mL 硝酸银溶液(11.3.2),用水稀释至刻度,摇匀。

将试样溶液与标准溶液比较,试样溶液浊度小于标准溶液的浊度即为合格。

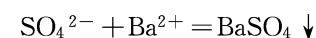
12 阴极碳酸盐中硫酸根离子的测定——比浊法

12.1 适用性

本方法适用于阴极碳酸盐中微量硫酸根离子的测定方法。

12.2 原理

硫酸根与钡离子反应生成硫酸钡白色沉淀,进行比浊,其反应方程式如下:



12.3 试剂

12.3.1 硫酸钾。

12.3.2 氯化钡:100 g/L。

12.3.3 盐酸(1+1)。

12.3.4 硫酸根标准溶液:

称取硫酸钾 1.813 9 g,用于水溶于 300 mL 烧杯中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液中硫酸根浓度为 1 mg/mL。用时将此溶液稀释 10 倍,即硫酸根浓度为 0.1 mg/mL 的标准

阴极碳酸盐分析方法

1 范围

本标准规定了阴极碳酸盐中组分含量的分析方法,其分析项目有碳酸钡、碳酸锶、碳酸钙、硝酸盐、水溶物(Na)、钠总量、盐酸不溶物、铁、氯化物、硫酸盐、重金属(以 Pb 计)和灼烧失重(300 °C)。

本标准适用于各种牌号的阴极碳酸盐。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 10306—1988 阴极碳酸盐

3 总则

3.1 所用的分析天平分度值应为 0.1 mg;称量应准确至 0.2 mg。

3.2 试验用水为蒸馏水(电导率宜不大于 2 μS/cm)。

3.3 分析所用试剂,除指明级别外,均为分析纯。

3.4 分析所用溶液,除特殊指明溶剂外,均为水溶液。

3.5 方法中所谓“恒重”,系指连续二次称重之差不超过 0.2 mg,每次冷却时间应相同。

3.6 标准溶液的浓度应保留 4 位有效数字。

3.7 天平砝码及容量器皿等,应定期予以校正。

3.8 溶解试样、浓缩溶液及有毒试剂的蒸发操作,应在通风柜内进行。

4 阴极碳酸盐中碳酸钡含量的测定——重铬酸钾碘量滴定法

4.1 适用性

本方法适用于碳酸钡含量大于 30% 的阴极碳酸盐的分析。

4.2 原理

试样以硝酸溶解,在醋酸和醋酸铵存在下,使重铬酸铵与钡生成沉淀,再用碘化钾与过量的重铬酸铵作用生成碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定游离碘,根据硫代硫酸钠标准溶液的消耗量计算试样中碳酸钡含量。

4.3 试剂

4.3.1 硝酸(1+1)。

4.3.2 氨水。

4.3.3 醋酸(99%)。

4.3.4 醋酸铵溶液(300 g/L)。

4.3.5 重铬酸铵(200 g/L)。

4.3.6 盐酸(3+7)。

4.3.7 碘化钾。

4.3.8 淀粉溶液(10 g/L)。

4.3.9 氯化钠-盐酸混合溶液:配置 1 000 mL 氯化钠饱和溶液,加入 100 mL 盐酸和 100 mL 水,混匀。