



中华人民共和国国家标准

GB/T 22661.9—2008

氟硼酸钾化学分析方法 第9部分：氯含量的测定 硝酸汞容量法

Chemical analysis methods of potassium fluoborate—
Part 9: Determination of chloride content—
Mercury nitration volumetric method

2008-12-29 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

前 言

GB/T 22661《氟硼酸钾化学分析方法》共分为 10 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：氟硼酸钾含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第 4 部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：游离硼酸含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 硝酸汞容量法；
- 第 10 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 22661 的第 9 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。

本部分起草单位：多氟多化工股份有限公司。

本部分参加起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院、衡阳市邦友化工科技有限公司。

本部分主要起草人：薛旭金、施秀华、李永强、郭贤惠、许随军、范连生、朱亮、黎志坚、申志花、白向华、刘志鸿、黄尤菊、刘敏。

氟硼酸钾化学分析方法

第9部分:氯含量的测定

硝酸汞容量法

1 范围

GB/T 22661 的本部分规定了氟硼酸钾中氯含量的测定方法。
本部分适用于氟硼酸钾中氯含量的测定。测定范围:≤0.5%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22661 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 22661.1—2008 氟硼酸钾化学分析方法 第1部分:试样的制备和贮存

3 方法提要

在微酸性溶液中,用强电离的硝酸汞标准溶液将氯离子转化成弱电离的氯化汞,用二苯偶氮碳酰肼指示剂与过量的 Hg^{2+} 生成紫红色络合物来判断终点。

4 试剂

4.1 硝酸:1 mol/L。

4.2 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.05$ mol/L。

4.2.1 配制:

准确称取 8.565 0 g 硝酸汞 $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$,优级纯],置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸,溶解至溶液清澈,必要时可进行过滤,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.2 标定:

移取三份 5.00 mL 氯化钠标准溶液(0.050 0 mol/L),分别置于 250 mL 三角瓶中,加水至 100 mL,加 2 滴溴酚兰指示剂,滴加硝酸至溶液显黄色,再过量 5 滴,加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示剂,以硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色即为终点。平行标定所消耗硝酸汞标准滴定溶液体积的级差不应超过 0.05 mL,取其平均值。随标定做空白试验。

4.3 二苯偶氮碳酰肼指示剂:5 g/L。

4.4 溴酚兰指示剂:2 g/L。

5 仪器和设备

实验室常用仪器及设备。

6 试样

试样应符合 GB/T 22661.1 中 3.3 的要求。