

中华人民共和国国家标准

GB/T 23274.6—2009

二氧化锡化学分析方法 第 6 部分:硫酸盐的测定 目视比浊法

Methods for chemical analysis of stannic oxide— Part 6: Determination of sulfate content— Visual turbidimetry method

2009-01-05 发布 2009-11-01 实施

前 言

GB/T 23274-2009《二氧化锡化学分析方法》共分为8个部分:

- ---第1部分:二氧化锡量的测定 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;
- 一一第3部分:砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法;
- 一一第4部分:铅、铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- ——第5部分:锑量的测定 孔雀绿分光光度法;
- ——第6部分:硫酸盐的测定 目视比浊法;
- ---第7部分:盐酸可溶物的测定 重量法;
- 一一第8部分:灼烧失重的测定 重量法。
- 本部分为第6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责任公司、云南红河出入境检验检疫局参加起草。
- 本部分主要起草人:海兰、张丽梅、林文霜、江寨伸、寿洁云、张静。

二氧化锡化学分析方法 第6部分:硫酸盐的测定 目视比浊法

1 范围

GB/T 23274.6 的本部分规定了二氧化锡中硫酸盐的测定方法。 本部分适用于二氧化锡中硫酸盐的测定,测定范围为 0.030%~0.60%。

2 方法提要

试料用氢氧化钠熔融分解,盐酸浸取,在微酸性介质中,加氯化钡生成硫酸钡白色沉淀,进行目视比浊测定。

3 试剂

试验用水均为一级蒸馏水。

- 3.1 氢氧化钠(GR)。
- 3.2 盐酸(ρ1.19 g/mL)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 无水乙醇。
- 3.5 氯化钡溶液(250 g/L):过滤后使用。
- 3.6 硫酸盐标准贮存溶液:称取 0.148~0~g 无水硫酸钠(于 105~C~110~C干燥至恒重)溶于水,移入 1~000~mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1~mL 含 $100~\mu g$ 硫酸盐(SO_4^{2-})。
- 3.7 硫酸盐标准溶液:移取 50.00 mL 硫酸盐标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 硫酸盐(SO₄²⁻)。
- 3.8 硫酸盐标准溶液:移取 50.00 mL 硫酸盐标准贮存溶液(3.6)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 $10 \mu \text{g}$ 硫酸盐(SO₄²⁻)。

4 试样

试样需密封包装。

5 分析步骤

5.1 测定次数

独立地进行2次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

- 5.3.1 称取 0.5 g 试样(m),精确至 0.000 1 g,置于预先盛有 1 g 氢氧化钠(3.1)的 30 mL 银坩埚中,再覆盖 1 g 氢氧化钠(3.1),若是颗粒较大则需要覆盖 2 g)。移入 400 $^{\circ}$ C 高温炉中,升温至 600 $^{\circ}$ C 分解 10 min,取出冷却。吹约 5 mL 水于银坩埚中,置于电炉上加热至熔融物完全溶解。
- 5.3.2 用少量水将试液移入 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.2),加热至试液清亮,冷却后移入