



中华人民共和国国家标准

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

阴极碳酸盐分析方法

Analytical method of cathode carbonate

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

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、碳酸锶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、碳酸锶含量的测定中将“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。

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℃)。

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 $\mu\text{S}/\text{cm}$)。
- 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。

4.3.10 重铬酸钾标准溶液:0.100 0 mol/L($c=1/6K_2Cr_2O_7$),基准试剂。

4.3.11 硫代硫酸钠标准溶液(约 0.1 mol/L, $c=Na_2S_2O_3$):

- a) 硫代硫酸钠溶液的配制:称取 25 g 硫代硫酸钠溶于少量水中,加入 0.1 g 碳酸钠,用煮沸的水稀释至 1 000 mL,混匀,放置数天后进行标定。此溶液的浓度大约为 0.1 mol/L;
- b) 硫代硫酸钠溶液的标定:移取 25 mL 重铬酸钾标准溶液(4.3.10)于 300mL 锥形瓶中,加入 50 mL 氯化钠-盐酸混合溶液(4.3.9)和 20 mL~30 mL 水,加入 2 g 碘化钾(4.3.7),用配制的硫代硫酸钠溶液滴定至溶液刚变暗绿色时,加入 5 mL 淀粉溶液(4.3.8),继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色为终点;
- c) 硫代硫酸钠溶液浓度计算:根据下述反应,按公式(1)计算硫代硫酸钠溶液的浓度。



$$C_{(S_2O_3^{2-})} = \frac{C_{(1/6Cr_2O_7^{2-})} \times V_{(1/6Cr_2O_7^{2-})}}{V_{(S_2O_3^{2-})}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$C_{(S_2O_3^{2-})}$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$C_{(1/6Cr_2O_7^{2-})}$ ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_{(1/6Cr_2O_7^{2-})}$ ——所用重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_{(S_2O_3^{2-})}$ ——消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.4 分析步骤

称取试样 2.0000 g 置于 100 mL 烧杯中,加水 20 mL、硝酸(4.3.1)7 mL~10 mL,微热使试样全部溶解后并加热至沸 5 min。冷却,用氨水(4.3.2)中和至微碱性,加醋酸(4.3.3)2 mL、醋酸铵溶液(4.3.4)6 mL。再加热煮沸。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,准确加入重铬酸铵(4.3.5)10 mL,以水稀释至刻度,摇匀,置于 60 °C 的水浴上保温 1 h。冷却,作为试样溶液。

按照上述操作制备空白溶液。

试样溶液干过滤,移取滤液 10 mL,置于 300 mL 锥形瓶中,加水 20 mL、盐酸(4.3.6)20 mL、碘化钾(4.3.7)6 g,摇匀,置于暗处,放置 10 min。用硫代硫酸钠标准溶液(4.3.11)滴定至溶液呈黄色,加淀粉溶液(4.3.8)5 mL,继续滴定,当溶液由黄色变亮绿色即为终点。记录消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积为 V_2 。

空白溶液干过滤,按照试样溶液的操作滴定,记录消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积为 V_1 。

4.5 计算

试样中碳酸钡的质量分数按公式(2)计算:

$$\omega_{(BaCO_3)} = \frac{0.06579 \times C_{(S_2O_3^{2-})} \times (V_1 - V_2)}{G \times 10/100} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——滴定空白所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定样品所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

G ——称取试样质量,单位为克(g);

0.065 79——换算成碳酸钡的系数。

5 阴极碳酸盐中碳酸钙含量的测定——络合滴定法

5.1 适用性

本方法适用于碳酸钙含量大于 1.0% 的阴极碳酸盐的测定。

5.2 原理

试样用酸溶解后,用硫酸铵将钡、锶沉淀与钙分离,在 $\text{pH}=10$ 的条件下,以铬黑 T 为指示剂,用 EDTA 滴定钙。

5.3 试剂

5.3.1 硝酸(1+1)。

5.3.2 硫酸铵溶液:200 g/L。

5.3.3 氨性缓冲溶液: $\text{pH}=10$,称取 67.00 g 氯化铵溶于 570 mL 浓氨水中,用水稀释至 1 000 mL。

5.3.4 三乙醇胺。

5.3.5 EDTA-Mg 溶液:吸取 5 g/L 的氯化镁或硫酸镁溶液 5 mL 于 250 mL 烧瓶中,加 20 mL 氨性缓冲溶液(3.3.3)、5 mL 三乙醇胺(3.3.4)、两滴铬黑 T 指示剂(3.3.6),用 0.05 mol/L EDTA 滴定至颜色由红变蓝即为终点。

5.3.6 铬黑 T:10 g/L 三乙醇胺溶液(可使用 1 month)。

5.3.7 EDTA 标准溶液:0.02 mol/L。

5.3.8 碳酸钙:光谱纯或基准试剂。

5.3.9 碳酸锶:光谱纯或基准试剂。

5.3.10 碳酸钡:光谱纯或基准试剂。

5.4 分析步骤

5.4.1 试样分析

称取试样 2.000 0 g 置于 150 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸(5.3.1)5 mL~7 mL,使试样溶解,加热至沸,移入 100 mL 容量瓶中,于 80 °C 左右缓慢加入 40 mL 硫酸铵溶液(5.3.2),在 60 °C 下保温 30 min,冷却,以水稀释至刻度。静置 2 h~3 h,干过滤。移取 25 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加 5 mL EDTA-Mg 溶液(5.3.5)、40 mL 氨性缓冲液(5.3.3)、5 mL 三乙醇胺(5.3.4)、1~2 滴铬黑 T 指示剂(5.3.6),用 EDTA 标准溶液(5.3.7)滴定至溶液颜色由红变蓝即为终点。

5.4.2 EDTA 溶液的标定

根据试样的预期牌号(参见 GB/T 10306—1988)产品中碳酸钙、碳酸锶、碳酸钡的含量,用碳酸钙(5.3.8)、碳酸锶(5.3.9)、碳酸钡(5.3.10)配制与试样组分相近的标准混合样,称取 2.000 0 g 标准混合样,按照试样分析的操作作用时用 EDTA 标准溶液(5.3.7)滴定,根据 EDTA 溶液的消耗量,按公式(3)计算 EDTA 溶液对碳酸钙的滴定度。

$$T = \frac{G_0}{V_{\text{EDTA}}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

T ——EDTA 对碳酸钙的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

G_0 ——标准混合样质量,单位为克(g);

V_{EDTA} ——滴定标准混合样消耗 EDTA 溶液体积,单位为毫升(mL)。

5.5 计算

试样中碳酸钙的质量分数按公式(4)计算。

$$\omega_{(\text{CaCO}_3)} = \frac{TV_{\text{EDTA}}}{G \times 25/100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_{EDTA} ——滴定试样消耗 EDTA 溶液的体积,单位为毫升(mL);

G ——称取试样质量,单位为克(g)。

注:试样中碳酸钙的含量>10%时,称样量应减少一倍。

6 阴极碳酸盐中碳酸钙、碳酸锶的测定——原子吸收分光光度法

6.1 适用性

本方法适用于碳酸钙含量大于1.0%、碳酸锶含量大于30.0%的阴极碳酸盐的测定。

6.2 原理

试样经硝酸溶解后,用原子吸收分光光度计测定吸光度。为消除钙、锶和钡之间的相互影响,采用基体匹配法配制与试样组成一致的标准溶液。

6.3 试剂

6.3.1 硝酸(1+1)。

6.3.2 碳酸钙:光谱纯或基准试剂。

6.3.3 碳酸锶:光谱纯或基准试剂。

6.3.4 碳酸钡:光谱纯或基准试剂。

6.4 分析步骤

6.4.1 试样溶液的制备

准确称取干燥后样品1.0000 g,放入200 mL烧杯中,加水约20 mL,盖上表面皿,从表面皿缝隙中缓慢加入10 mL硝酸(6.3.1),于电炉上加热溶解,除去氮氧化物及二氧化碳,冷却后移入1000 mL容量瓶中。以水稀释至刻度,摇匀备用。

6.4.2 标准系列的配制

按试样预期牌号(参见GB/T 10306—1988)中碳酸钙、碳酸锶、碳酸钡的含量比例,准确称取经120℃烘干2 h冷却后的碳酸钙(6.3.2)、碳酸锶(6.3.3)、碳酸钡(6.3.4)配制标准样品系列。标准样品的配制实例如表1。按照试样的处理方法制备成标准溶液系列。

表1

1.3A2 标准系列						
标准系列样品编号	碳酸钙		碳酸锶		碳酸钡	
	称取量/ g	相当样品的 含量/%	称取量/ g	相当样品的 含量/%	称取量/ g	相当样品的 含量/%
1	0.090 0	9.00	0.400 0	40.00	0.500 0	50.00
2	0.100 0	10.00	0.420 0	42.00	0.480 0	48.00
3	0.110 0	11.00	0.440 0	44.00	0.460 0	46.00
2.3N2 标准系列						
标准系列样品编号	碳酸钙		碳酸锶		碳酸钡	
	称取量/ g	相当样品的 含量/%	称取量/ g	相当样品的 含量/%	称取量/ g	相当样品的 含量/%
1	0.150 0	15.00	0.270 0	27.00	0.560 0	56.00
2	0.170 0	17.00	0.290 0	29.00	0.540 0	54.00
3	0.190 0	19.00	0.310 0	31.00	0.520 0	52.00
注:3A2、3N2为阴极碳酸盐牌号(参见GB/T 10306—1988)。						

吸取2 mL试样溶液于100 mL容量瓶中,加2 mL硝酸(6.3.1),以水稀释至刻度,摇匀,作为测定的试样溶液。

分别吸取各标准系列溶液2 mL于100 mL容量瓶中,加2 mL硝酸(6.3.1),以水稀释至刻度,摇匀,作为测定用的标准系列溶液。

在设定的仪器条件下测定试样溶液和标准溶液系列。

6.5 计算

用标准曲线法或示差曲线法计算出碳酸钙、碳酸锶的百分含量。

注1:测钙 波长 422.7 nm,空气—乙炔火焰;

测锶 波长 460.7 nm,空气—乙炔火焰。

注2:各种仪器的灵敏度不尽一致,取样量可做适当增减。

7 阴极碳酸盐中硝酸根离子的测定——紫外分光光度法

7.1 适用性

本方法适用于硝酸根离子含量在 0.20%~1.00% 的阴极碳酸盐的测定。

7.2 原理

根据硝酸根离子在紫外光区具有特征吸收光谱,采用分光光度法测定硝酸根离子。

7.3 试剂与仪器

7.3.1 盐酸(1+1)

7.3.2 硝酸根标准溶液,1 mg/mL。称取经 100℃~105℃ 烘干 2 h,冷却后的硝酸钾 1.6310 g,溶于 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。其硝酸根浓度为 1 mg/mL。

7.3.3 紫外分光光度计一台。

7.4 分析步骤

7.4.1 试样溶液制备

准确称取 0.5000 g 试样于 200 mL 烧杯中,加水约 10 mL,加盐酸(7.3.1)5 mL。 CO_2 气体冒完后转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀备用。

7.4.2 标准系列的制备

准确吸取 1 mg/mL 硝酸根离子标准溶液 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL,分别注入 100 mL 容量瓶中,加盐酸(7.3.1)5 mL,以水稀释至刻度,摇匀备用。

在紫外分光光度计上于 230 nm 波长处用 1 cm 比色皿测定试样溶液和标准系列溶液的吸光度。

7.5 计算

采用标准曲线法计算试样溶液中硝酸根离子的质量浓度 C_x ,按照公式(5)计算试样中硝酸根离子的质量分数。

$$\omega_{(\text{NO}_3^-)} = \frac{C_x V \times 10^{-3}}{G} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

C_x ——从曲线上查得试样中硝酸根离子的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

G ——试样质量,单位为克(g)。

8 阴极碳酸盐中钠的测定——原子吸收分光光度法

8.1 水溶物中钠的测定

8.1.1 适用性

本方法适用于水溶物中钠含量在 0.005%~0.030% 的阴极碳酸盐的测定。

8.1.2 原理

样品用热水提取后,用原子吸收分光光度法测定。

8.1.3 试剂和仪器

8.1.3.1 钠标准溶液:称取光谱纯氯化钠 2.5430 g 于烧杯中,加水溶解,移入 1000 mL 容量瓶中,以

水稀释至刻度,摇匀,作为钠的浓度为 1 mg/mL 的钠标准储备溶液。准确吸取上述钠标准储备溶液 2.5 mL 于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。配成钠的浓度为 25 μg/mL 的标准溶液。

8.1.3.2 原子吸收分光光度计一台。

8.1.4 分析步骤

8.1.4.1 试样溶液的制备

称取 1.000 0 g 试样,于 250 mL 烧杯中,加沸水 150 mL 左右,摇匀,冷却。用紧密滤纸过滤于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀,静置过夜后测定。

8.1.4.2 标准系列的制备

准确吸取 25 μg/mL 钠标准溶液 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL、6 mL,分别注入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀备用。

用原子吸收分光光度计,按仪器选定的条件,以水调零与标准系列同时测定吸光度,用标准曲线法求出钠的浓度。

8.1.5 计算

采用标准曲线法计算试样溶液中钠离子的质量浓度 C_x ,按照公式(6)计算试样中钠离子的质量分数。

$$\omega_{(Na)} = \frac{C_x V \times 10^{-6}}{G} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

C_x ——从曲线上查得试样中的钠的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

G ——试样质量,单位为克(g)。

注:波长 589.0 nm,空气—乙炔火焰。

8.2 钠总量的测定

8.2.1 适用性

本方法适用于总钠含量在 0.20%~0.80% 的阴极碳酸盐的测定。

8.2.2 原理

试样以盐酸溶解,用原子吸收分光光度法测定钠。

8.2.3 试剂和仪器

8.2.3.1 盐酸(1+1)。

8.2.3.2 原子吸收分光光度计一台。

8.2.4 分析步骤

8.2.4.1 试样溶液的制备

称取 0.500 0 g 试样于 200 mL 烧杯中,加水 10 mL,盖上表面皿,从表面皿与烧杯缝隙中慢慢加入 5 mL 盐酸(8.2.3.1),于低温电炉上加热溶解,待试样完全溶解后,加热煮沸。冷却后转入 200 mL 容量瓶中,以水稀释到刻度,摇匀。从上述溶液中吸取 5 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 15 mL 盐酸(8.2.3.1),以水稀释到刻度,摇匀。

8.2.4.2 标准系列的制备

准确吸取 25 μg/mL 钠标准溶液(8.1.3.1)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL 分别注入 100 mL 容量瓶中,加盐酸(8.2.3.1)5 mL,以水稀释至刻度,摇匀备用。

用原子吸收分光光度计,按仪器选定的工作条件,以水调零,与标准系列同时测定吸光度,用标准曲线法求出钠的浓度。

8.2.5 计算

采用标准曲线法计算试样溶液中钠总量的质量浓度 C_x ,按照公式(7)计算试样中钠的总质量分数。

$$\omega_{(\text{Na}_g)} = \frac{C_x V \times 10^{-6}}{G} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

C_x ——从曲线上查得试样中钠的总质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

G ——试样质量,单位为克(g)。

注:波长 589.0 nm,空气—乙炔火焰。如原子吸收分光光度计测钠灵敏度过高时,可以偏转燃烧头或选用钠的次灵敏度波长 330.9 nm。

9 阴极碳酸盐中盐酸不溶物的测定——重量法

9.1 适用性

本方法适用于盐酸不溶物含量大于 0.05% 的阴极碳酸盐的测定。

9.2 原理

试样溶于盐酸中,将不溶物过滤、烘干、称重。

9.3 试剂

9.3.1 盐酸(1+1)。

9.4 分析步骤

称取 10.00 g 试样于 500 mL 烧杯中,加水 300 mL,缓慢加入盐酸(9.3.1)至试样溶解。加热煮沸,用已恒重的 5 号玻璃砂心坩埚进行过滤,用热水洗至无氯根为止,在 105 °C~110 °C 烘干至恒重。

9.5 计算

按公式(8)计算试样中盐酸不溶物的质量分数。

$$\omega_{(\text{盐酸不溶物})} = \frac{W_2 - W_1}{G} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

W_1 ——空坩埚质量,单位为克(g);

W_2 ——坩埚与盐酸不溶物质量,单位为克(g)

G ——试样质量,单位为克(g)。

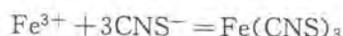
10 阴极碳酸盐中铁的测定——比色法

10.1 适用性

本方法适用于阴极碳酸盐中微量铁的测定方法。

10.2 原理

铁离子与硫氰酸盐生成血红色络合物,用异戊醇萃取后采用目视比色法测定铁,其反应方程式如下:



10.3 试剂

10.3.1 盐酸(1+1)。

10.3.2 过氧化氢:30%。

10.3.3 硝酸(1+1)。

10.3.4 硫氰酸铵(200 g/L)。

10.3.5 异戊醇。

10.3.6 铁标准溶液:称取光谱纯铁粉 0.100 0 g 置于 250 mL 烧杯中,加 15 mL 硝酸(10.3.3),加 5 mL 盐酸(10.3.1),盖上表面皿,缓慢加热溶解后,加 2 mL 过氧化氢(10.3.2),加热煮沸不少于

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。

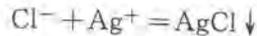
11 阴极碳酸盐中氯离子的测定——浊度法

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。

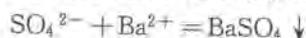
12 阴极碳酸盐中硫酸根离子的测定——比浊法

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

溶液。

12.4 分析步骤

称取 2.500 0 g 试样放在 300 mL 烧杯中,加 30 mL 水,10 mL 盐酸(12.3.3),溶解并煮沸,移入 50 mL 比色管中,加入 10 mL 氯化钡溶液(12.3.2),用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min。

吸取标准硫酸根 1 mL 于 50 mL 比色管内,加 10 mL 盐酸(12.3.3),加入 10 mL 氯化钡溶液(12.3.2),用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min。

将试样溶液与标准溶液比较,试样溶液的浊度小于标准溶液的浊度即为合格。

13 极碳酸盐中重金属(以 Pb 计)的测定——比浊法

13.1 适用性

本方法适用于阴极碳酸盐中微量重金属的测定方法。

13.2 原理

重金属与硫化氢反应生成黑色沉淀,进行比浊。

13.3 试剂

13.3.1 硝酸铅:优级纯。

13.3.2 盐酸 $\rho=1.19$ 。

13.3.3 硝酸 $\rho=1.42$ 。

13.3.4 氨水:25%。

13.3.5 冰醋酸:99%。

13.3.6 醋酸铵溶液 100 g/L。

13.3.7 硫化氢饱和溶液。

13.3.8 铅标准溶液:称取硝酸铅 0.159 8 g 置于 300 mL 烧杯中,加少量水,加 5 mL 硝酸(13.3.3),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。铅浓度为 0.1 mg/mL。

13.4 分析步骤

称取 4.000 0 g 试样放在 250 mL 烧杯中,加 10 mL 水,慢慢滴入盐酸(13.3.2)至全部溶解为止。加热煮沸,冷却,用氨水(13.3.4)调至中性。移入 150 mL 比色管中,加入 5 mL 醋酸铵溶液(13.3.6),1 mL 醋酸(13.3.5)及硫化氢饱和溶液(13.3.7),用水稀释至刻度,摇匀。

吸取铅标准溶液 3 mL 于 50 mL 比色管内,加 5 mL 醋酸铵溶液(13.3.6),10 mL 硫化氢饱和溶液(13.3.7),用水稀释至刻度,摇匀。

将试样溶液与标准溶液比较,试样浊度小于标准溶液的浊度即为合格。

14 阴极碳酸盐灼烧失重的测定——重量法

14.1 适用性

本方法适用于灼烧失重量大于 0.50% 的阴极碳酸盐的测定。

14.2 原理

测量试样在 300 °C 马弗炉内灼烧前后恒重差。

14.3 分析步骤

准确称取试样 1.000 0 g 于已恒重的瓷坩埚中,在 300 °C 马弗炉内灼烧至恒重。

14.4 计算

按公式(9)计算试样中灼烧失重的质量分数。

$$\omega_{(\text{灼烧失重})} = \frac{W_1 - W_2}{G} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

W_1 ——灼烧前试样与坩埚质量,单位为克(g);

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)。
