



中华人民共和国国家标准

GB/T 12684.3—90

工业硼酸 硫酸盐含量的测定 还原滴定法

Boric acid for industrial use—Determination
of sulphate content by reduction and titrimetry

1990-12-30 发布

1991-12-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

工业硼酸 硫酸盐含量的测定 还原滴定法

GB/T 12684.3—90

Boric acid for industrial use—Determination
of sulphate content by reduction and titrimetry

本标准等效采用国际标准 ISO 1918—1972《工业用硼酸、氧化硼、四硼酸二钠和粗硼砂—硫化合物的测定—容量法》。

1 主题内容

本标准规定了工业硼酸中硫酸盐含量的测定方法。本方法为仲裁法。

2 方法提要

用氢碘酸和次磷酸在盐酸介质中制得的还原溶液将硫酸根离子还原为硫化氢,用氮气流将硫化氢带出,并用氢氧化钠和丙酮混合溶液吸收,以双硫脲为指示剂,用乙酸汞标准溶液滴定硫离子。

3 试剂和材料

本标准所用试剂和水,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 丙酮(GB 686);

3.2 氢氧化钠(GB 629):40 g/L 溶液;

3.3 还原溶液¹⁾;

在配有球形回流冷凝器的 1 000 mL 磨口三颈瓶中,在通氮气的情况下,依次加入 100 mL 55% (m/m) 氢碘酸(HG 3—952)、25 mL 50% (m/m) 次磷酸、100 mL 盐酸(GB 622),加热至沸腾,回流 4 h。维持氮气流下冷却至室温。

该溶液贮于棕色玻璃瓶中,避光保存。玻璃瓶需先用氮气吹除原来的空气。保持氮气气氛,可存放一个月。

3.4 乙酸汞(HG 3—1096): $c[\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2]$ 为 0.001 00 mol/L 标准滴定溶液;

称取 0.318 7 g 乙酸汞,精确至 0.000 2 g,溶于约 100 mL 水中,全部转入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

3.5 双硫脲(1,5-二苯基-3-硫代卡巴脲):0.5 g/L 指示液;

称取 0.05 g 双硫脲,溶于 100 mL 丙酮中。装于棕色瓶中避光保存。使用期为两周。

3.6 氮气:无氧气;

3.7 7501 真空硅脂。

采用说明:

1) 与 ISO 1918 中还原液的各项分量不同。