ICS 71.040.40
G 10

中华人民共和国国家标准

GB/T 23278.6—2009

锡酸钠化学分析方法
第6部分:游离碱的测定　中和滴定法

Methods for chemical analysis of sodium stannate—
Part 6: Determination of free alkali content—Titration

2009-01-05 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 23278《锡酸钠化学分析方法》共分为8个部分：

——第1部分：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；

——第3部分：砷量的测定　砷锑钼蓝分光光度法；

——第4部分：铅量的测定　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：游离碱的测定　中和滴定法；

——第7部分：碱不溶物的测定　重量法；

——第8部分：硝酸盐含量的测定　离子选择电极法。

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公司、云南红河州出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人：杨自华、解惠芳、林文霜、寿洁云、江寨伸、胡昱炜。

锡酸钠化学分析方法
第6部分:游离碱的测定　中和滴定法

1　范围

GB/T 23278的本部分规定了锡酸钠中游离碱的测定。

本部分适用于锡酸钠中游离碱的测定,测定范围为0.50%～10.00%。

2　方法提要

试料以水溶解。用氯化钡与锡酸钠作用,生成锡酸钡沉淀,使游离碱与锡酸根分离。以酚酞为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定,测定游离碱量。

3　试剂

除非另有说明,在分析中仅使用不含二氧化碳的三级蒸馏水。

3.1　氯化钡溶液(200 g/L)。

3.2　酚酞指示剂溶液(10 g/L)。

3.3　甲基红-溴甲酚绿指示剂溶液:30 mL溴甲酚绿溶液(1 g/L)与20 mL甲基红乙醇溶液(2 g/L)混合。

3.4　碳酸钠标准溶液(c_1=0.015 mol/L):称取0.397 5 g基准碳酸钠(预先在270 ℃～300 ℃烘干至恒重)于200 mL烧杯中,以水溶解,用水移入250 mL溶量瓶中并稀释至刻度,混匀。

3.5　盐酸标准滴定溶液(c_{HCl}=0.02 mol/L)。

3.5.1　配制:移取9.0 mL盐酸(ρ1.19 g/mL),注入5 000 mL水中,混匀。

3.5.2　标定:移取25.00 mL(V_1)碳酸钠标准溶液三份(3.4),分别置于300 mL锥形瓶中,加入10滴甲基红-溴甲甲酚绿指示剂溶液,摇匀,用盐酸标准滴定溶液(V_2)滴定至试液由绿色转变为暗红色,煮沸30 s,冷却至室温,继续滴定至试液呈暗红色。

按式(1)计算盐酸标准滴定溶液的实际浓度c:

$$c = \frac{2 \times c_1 \cdot V_1}{V_2} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

c——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_1——碳酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1——移取碳酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2——标定消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

平行标定三杯的结果极差不大于5×10^{-5} mol/L时,取平均值。否则重新标定。

4　试样

试样需密封包装。

5　分析步骤

5.1　试料

按表1称取试料(m),精确至0.000 1 g。