

中华人民共和国化工行业标准

天青石矿石中钡含量的测定
铬酸钡容量法

Celestite ores - Determination of barium content - Barium
chromate volumetric method

UDC 549.761.3

: 543.06

HG/T 2958.2-1988 (1997)

代替 GB 9018.2-88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铬酸钡容量法测定天青石矿石中的钡含量。
本标准适用于氧化钡含量 0.5%~10% 的天青石矿石产品。

2 引用标准

GB 9018.1 天青石矿石中锶和钙含量的测定 EDTA 容量法

3 方法提要

试样经碳酸钠-氢氧化钠熔融,使钡转化为碳酸盐,分离硫酸根等离子,沉淀用盐酸溶解,在 pH≈5.9 的乙酸-乙酸钠溶液中重铬酸铵沉淀钡碘量法间接测定钡。铁锶的干扰加一定量 EDTA 消除。

4 试剂和溶液

- 4.1 无水碳酸钠 (GB 639-77);
- 4.2 碳酸钠; 5% 溶液;
- 4.3 碳酸钠洗液; 1% 溶液;
- 4.4 氢氧化钠 (GB 629-81);
- 4.5 过氧化钠;
- 4.6 三乙醇胺; 1+4 溶液;
- 4.7 盐酸 (GB 622-77); 1+1 溶液;
- 4.8 盐酸; 1+4 溶液;
- 4.9 盐酸; 1+9 溶液;
- 4.10 氨水 (GB 631-77); 1+1 溶液;
- 4.11 甲基红 (HG 3-958-76); 0.1% 乙醇溶液;
- 4.12 乙酸铵 (GB 1292-77); 1% 溶液;
- 4.13 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) (GB 1401-78); 5% 溶液;
- 4.14 EDTA; 2% 溶液;
- 4.15 硫氰酸铵 (GB 660-78); 1% 溶液;
- 4.16 重铬酸铵 (GB 656-77); 10% 溶液;
- 4.17 碘化钾 (GB 1272-77); 20% 溶液。贮于棕色瓶中;
- 4.18 淀粉; 1% 溶液。称取 1g 可溶性淀粉,溶解于 100ml 沸水中 (使用时配制);

中华人民共和国化学工业部 1988-03-21 批准

1988-12-01 实施

4.19 冰乙酸 (GB 676-78);

4.20 无水乙酸钠 (GB 694-81);

4.21 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈5.9): 称取 164g 无水乙酸钠 (4.20) 溶于水中, 加 7.5ml 冰乙酸 (4.19), 用水稀释至 1000ml, 摇匀;

4.22 重铬酸钾标准溶液: $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 0.01000mol/L$ 。称取 0.4904g 在 120℃ 烘至恒重的重铬酸钾 (基准试剂) 置于 250ml 烧杯中, 加水溶解后, 移入 1000ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀;

4.23 硫代硫酸钠 ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) (GB 637-77);

4.24 硫代硫酸钠标准溶液: $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0.01mol/L$;

4.24.1 配制: 称取 2.5g 硫代硫酸钠 (4.23) 溶于刚煮沸并冷却的蒸馏水中, 加 0.2g 无水碳酸钠 (4.1), 用刚煮沸并冷却的蒸馏水稀释至 1000ml, 摇匀, 贮于棕色瓶中。放置 10d 后过滤再进行标定与使用。

4.24.2 标定: 吸取 20.00ml 重铬酸钾标准溶液 (4.22) 于 250ml 烧杯中, 加 6ml 盐酸 (4.7), 加水稀释至 100ml, 以下按分析步骤 6.5 条进行。

同时作空白试验。

4.24.3 浓度的计算:

硫代硫酸钠标准溶液的浓度 (c) 按式 (1) 计算:

$$c = \frac{c_1 V_1}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, ml;

V_1 ——吸取的重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

V ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, ml;

c_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L。

5 试样

试样通过 0.075mm 筛 (GB 6003-85), 于 105~110℃ 烘至恒重, 置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 称取 0.2g 试样 (氧化钡含量大于 5% 时称取 0.1g 试样) (称准至 0.0002g), 于预先铺有 3g 碳酸钠 (4.1) 的银坩埚中, 小心混匀, 加少许过氧化钠 (4.5), 3g 氢氧化钠 (4.4), 盖上坩埚盖 (留一缝隙)。

将坩埚置于马弗炉中, 由低温慢慢升至 500℃, 停留 10min, 继续升至 700~750℃, 保持 30min, 取出冷却。将坩埚置于盛有 100ml 碳酸钠溶液 (4.2) 的 250ml 烧杯中, 加 15ml 三乙醇胺 (4.6), 盖上表面皿, 在电热板上加热浸取 (微沸 1h 以上)。用水洗净坩埚 [必要时用 2~3 滴盐酸 (4.9) 溶解坩埚壁上的残留物]。

用致密滤纸过滤, 用碳酸钠洗液 (4.3) 洗涤烧杯 4~5 次, 洗沉淀 12 次以上 (洗至无硫酸根)。

6.2 漏斗盖上表面皿, 用 10ml 盐酸 (4.8) 分次溶解滤纸上的沉淀于原烧杯中, 用热水 [含数滴盐酸 (4.8)] 洗净滤纸。用水稀释溶液至 100ml, 加热煮沸 2~3min, 赶尽二氧化碳。取下稍冷, 加 2 滴硫氰酸铵溶液 (4.15), 逐滴加入 EDTA 溶液 (4.14) 至赤红色消失, 溶液呈淡黄色或无色。

注: 亦可从 GB 9018.1 中 5.2 条制备的 B 溶液中吸取 100.0ml 溶液 (氧化钡含量大于 5%, 吸取 50.00ml 溶液) 于 250ml 烧杯中, 以下按 6.3~6.5 条步骤进行。

6.3 加 2 滴甲基红指示液 (4.11), 用氨水 (4.10) 调节溶液为黄色, 再用盐酸 (4.8) 调至淡红色刚出现 (此时若有硅酸析出, 不影响测定)。加 10ml 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (4.21), 加热至 70~

80℃, 取下, 在不断搅拌下逐滴加 5ml 重铬酸铵溶液 (4.16), 在继续搅拌下逐滴加 7.0ml EDTA 溶液 (4.13) (氧化钡含量小于 1% 的试样加 3.0ml EDTA 溶液)。将烧杯及内容物置于 80~90℃ 水浴上保温 2h, 取下, 静置 2h 以上。

6.4 沉淀用致密滤纸过滤, 用乙酸铵溶液 (4.12) 洗涤滤纸上的沉淀 3 次, 洗烧杯 4~5 次。再洗滤纸上的沉淀至滤纸的橙色消失、空白试验的滤纸为无色。滤液弃去。

用 15ml 盐酸 (4.8) 将沉淀溶解于原烧杯中, 热水洗净滤纸, 加水稀释溶液至 100ml, 冷却至室温。

6.5 加 10ml 碘化钾溶液 (4.17), 搅匀, 用硫代硫酸钠标准溶液 (4.24) 滴定至溶液呈淡黄色, 加 2ml 淀粉溶液 (4.18), 继续滴定至蓝色消失为终点。记下所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积。

同时作空白试验。

7 分析结果的计算

氧化钡的百分含量 (X) 按式 (2) 计算:

$$X = \frac{c(V - V_0) \times 0.05111}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中: V_0 ——滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, ml;

V ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, ml;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.05111——1.00ml 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当于氧化钡的质量, g。

8 允许差

同一实验室内测定结果的差值应小于下表所示值。

		%
氧化钡 (BaO)	允许差	
0.50~1.00	0.10	
>1.00~3.00	0.20	
>3.00~5.00	0.25	
>5.00~10.00	0.35	

附加说明:

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人辜丽华。