

## 前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 2957.4—1984《明矾石矿石硫酸盐硫含量的测定 硫酸钡重量法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2957.4—1984。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:化工部连云港设计研究院。

本标准主要起草人:王和平、张晓梅。

本标准于 1966 年首次发布为化工部部颁标准 HG 1-353—66《明矾石统一分析方法》,1984 年发布为国家标准 GB 4581.4—84《明矾石矿石硫酸盐硫含量的测定 硫酸钡重量法》,1997 年调整为推荐性化工行业标准,原国家标准 GB 4581.4—84 废止,重新编号为 HG/T 2957.4—1984。

## 明矾石矿石中硫酸盐硫含量的测定 硫酸钡重量法

### 1 范围

本标准规定了硫酸钡重量法测定硫酸盐硫含量。

本标准适用于明矾石矿石产品中硫酸盐硫含量的测定。测定范围(以  $\text{SO}_3$  计)5%~30%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 1 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否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部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3692:1987)

### 3 方法提要

试样经碱液浸取,硫酸盐状态的硫转入溶液,在酸性介质中用氯化钡进行沉淀、过滤、灼烧、称量,计算硫酸盐硫的含量。

### 4 试剂和溶液

本标准所用水的规格应符合 GB/T 6682 中三级水,所列试剂,除特殊规定外,均指分析纯试剂。

- 4.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。
- 4.2 氢氧化钠溶液:10 g/L。
- 4.3 盐酸溶液:1+1。
- 4.4 盐酸溶液:1+100。
- 4.5 氯化钡溶液:50 g/L。
- 4.6 甲基橙指示液:1 g/L。
- 4.7 硝酸银溶液:1 g 硝酸银溶于 100 mL 水中,加几滴硝酸酸化,贮于棕色瓶中。

### 5 试样

试样通过 106  $\mu\text{m}$  试验筛(GB/T 6003.1),于 105℃~110℃干燥 2 h 以上,置于干燥器中冷却至室温。

### 6 分析步骤

- 6.1 称取 0.4 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 烧杯中,加入氢氧化钠溶液(4.1)30 mL,摇匀试样,盖上表面皿,加热沸腾后置于电磁搅拌器上,微沸搅拌 20 min,取下冷却。
- 6.2 用慢速滤纸过滤,用 400 mL 烧杯承接滤液。用氢氧化钠溶液(4.2)将残渣转移至漏斗中,再洗涤五次,最后用热水洗涤 10 次以上。
- 6.3 加 1~2 滴甲基橙指示液,用盐酸溶液(4.3)调至溶液刚变红色,再过量 4 mL,用水稀释至 300 mL。将溶液加热至沸,取下,在不断搅拌下滴加 10 mL~12 mL 氯化钡溶液(4.5)。在 80℃~95℃保温 2 h,室温静置 3 h 或静置过夜。
- 6.4 用慢速定量滤纸过滤,用盐酸溶液(4.4)将沉淀转移至漏斗中,洗涤沉淀二次,再用温水洗至无氯离子(用硝酸银溶液检查)。

6.5 将沉淀连同滤纸放入预先已恒重的瓷坩埚中,烘干,灰化完全后,置于马弗炉中 800℃灼烧 1 h,取出稍冷,置于干燥器中冷却 30 min,称量。重复灼烧 20 min,直至恒重。

## 7 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐硫( $\text{SO}_3$ )含量( $X$ )按下式计算:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.3430}{m} \times 100$$

式中:

$m_1$ ——灼烧后沉淀和坩埚的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——坩埚的质量,单位为克(g);

$m$ ——试样的质量,单位为克(g);

0.3430——硫酸钡质量换算为三氧化硫质量的系数。

## 8 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

硫酸盐硫( $\text{SO}_3$ )含量, %	允许差, %
5.00~10.00	0.15
>10.00~20.00	0.20
>20.00~30.00	0.25