



中华人民共和国国家标准

GB/T 12737—91

化工产品中痕量硫酸盐测定的通用方法 还原滴定法

Chemical products for industrial use—General
method for determination of traces of
sulfate by reduction and titrimetry

1991-02-09 发布

1992-02-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

化工产品中痕量硫酸盐测定的通用方法 还原滴定法

GB/T 12737—91

Chemical products for industrial use—General
method for determination of traces of
sulfate by reduction and titrimetry

本标准等效采用国际标准 ISO 6228—1980《工业用化工产品——以硫酸盐形式存在的痕量硫化合物测定的通用方法——还原和滴定法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化工产品中痕量硫酸盐测定的通用方法。

本方法适用于所取试料或试验溶液中硫酸根含量为 4.5~450 μg。所取试验溶液中水含量不超过 2 mL。其他离子的允许限量见附录 A。

应用本方法时,产品中的硫应以硫酸根形式存在。对于含其他硫化化合物的样品应进行适当的预处理,使转化为硫酸根。

硫酸根(SO₄²⁻)含量在 10~450 μg 时,本方法的精密度(以相对偏差表示)为±5%;在 4.5~15 μg 时,为±10%。

2 方法提要

用氢碘酸和次磷酸在盐酸介质中制得的还原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 1,5-二苯基-3-硫代卡巴腓(双硫腓)为指示剂,用乙酸汞或硝酸汞标准滴定溶液滴定硫离子。

3 试剂和材料

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,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 盐酸(GB 622)。

3.3 次磷酸:密度约 1.21 g/mL,含量在 50%(m/m)以上。

3.4 氢碘酸:密度约 1.71 g/mL,含量在 55%(m/m)以上(见附录 C)。

3.5 氢氧化钠(GB 629):40 g/L 溶液。

3.6 还原溶液:

在配有球形回流冷凝器的 1 000 mL 磨口三口烧瓶中(装置如图 1),在通氮气的情况下,依次加入 100 mL 氢碘酸、25 mL 次磷酸和 100 mL 盐酸,加热至沸腾,回流 4 h。

维持氮气流下冷却至室温。

该还原液置于带磨口玻璃塞的棕色玻璃瓶中,玻璃瓶需预先用氮气吹除原来的空气。保持氮气气氛,避光保存,可存放一个月。