

通用化工产品 分析方法手册

<<通用化工产品分析方法手册>>编写组

化学工业出版社

通用化工产品分析方法手册

《通用化工产品分析方法手册》编写组

化学工业出版社
· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

通用化工产品分析方法手册/《通用化工产品分析方法手册》编写组. —北京: 化学工业出版社, 1998. 9
ISBN 7-5025-2265-4

I. 通… II. 通… III. 化工产品-分析-手册 IV. TQ
075-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (98) 第 15473 号

通用化工产品分析方法手册

《通用化工产品分析方法手册》编写组

责任编辑: 任惠敏 田 桦

责任校对: 陈 静

封面设计: 蒋艳君

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

新华书店北京发行所经销

北京市昌平振南印刷厂印刷

三河市东柳装订厂装订

*

开本 787×1092 毫米¹/₁₆ 印张 70³/₄ 字数 2529 千字

1999 年 1 月第 1 版 1999 年 1 月北京第 1 次印刷

印 数: 1—4000

ISBN 7-5025-2265-4/TQ · 1064

定 价: 125.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责调换

前 言

本书系根据现行有效的无机化工产品 and 有机化工产品国家标准和（或）行业标准（收录到1997年底），整理汇编而成。书中每个品种的标准分析方法，包括方法原理、试剂和溶液、仪器和设备、测定步骤、分析结果的表述、允许差以及该产品的技术要求等。

书中还收集了与产品标准分析方法配套的通用试验方法标准、基础标准等。其中包括常用的标准滴定溶液、试剂溶液配制方法等标准，无机化工产品通用试验方法标准，有机化工产品通用试验方法标准，数值修约规则试验室用水规格等基础标准。

本书共分三部分：

第一部分 无机化工产品

第二部分 有机化工产品

第三部分 索引

本书在编辑整理时遵照以下一些共同原则：

1. 本书采用法定计量单位，对个别方法标准采用了非法定计量单位的，编辑时均已换算为法定计量单位。

2. 本书所列分子量，均按照1995年国际相对原子质量（IUPAC）计算。

3. 本书中所用试剂的纯度如未注明特殊要求，一般系指“分析纯”试剂。

4. 本书中溶液配制，如未注明其他溶剂时则均为指水溶液；所用的水在未注明其他要求时，均系指符合GB/T6682中三级水的规格。

5. 本书所列“试剂与溶液”中凡以固体试剂制备溶液时其浓度一般均以克每升（g/L）表示，凡以液体试剂制备溶液时其浓度一般均以“ V_1+V_2 ”表示。

6. 本书中各品种的“方法来源”中所列的标准凡“GB”代号者，为强制性国家标准；凡“GB/T”代号者，为推荐性国家标准。凡“HG”代号者，为我国强制性化工行业标准；凡“HG/T”代号者，为我国推荐性化工行业标准。

7. 本书所引条目按中文笔顺、笔画排列，以横“一”、竖“丨”、撇“丿”、点“丶”、折“乚”为序。若条目名称前有数字、希腊文和英文时，仍以条目的中文为序，例如检索“1, 2-二氯乙烷”时第一个字应查二画、“GF浮选剂”第一个字应查浮字。

本书是从事无机、有机化工产品生产的质量管理、标准化工作人员的工具书；对从事无机、有机化工行业的教学、生产、设计、科研、销售及用户等有关人员有相当的实用价值。

本书编写人员：梅健 李顺平 王晓兵 魏丽华 蒋富玲 冯廷秀 李晓静 张兰芳 郑淳之。

本书审核人员：郑淳之 张兰芳。

内 容 提 要

本手册分两个部分，第一部分为无机化工产品，包括酸、碱、盐、氧化物及其他无机物；第二部分为有机化工产品，包括基本有机化工产品和一般有机化工产品。书中介绍了 254 种化工产品的现行有效的标准分析方法，包括分析原理、所用试剂和仪器、分析检验方法和步骤、计算，和技术指标。同时在分析产品时所涉及到的通用分析方法，书中以附录的形式列出，包括无机化工产品通则和有机化工产品通则两部分。书末附有词首汉字笔画顺序索引，可方便查阅。本书是从事化工生产，化工原料采购和销售部门以及科研部门的分析检验工作者必备的工具书。

目 录

第一部分 无机化工产品

第一章 酸.....	3	重质碳酸钾.....	145
无水氟化氢.....	3	重铬酸钾.....	150
合成盐酸.....	6	磷酸二氢钾.....	152
高纯盐酸.....	10	第二节 钠盐.....	158
亚磷酸.....	12	十水合四硼酸二钠.....	158
氢氟酸.....	14	三聚磷酸钠.....	160
氨基磺酸.....	17	水合锑酸钠（锑白为原料，电子工业用）.....	170
浓硝酸.....	19	无水亚硫酸钠.....	175
氟硅酸.....	22	无水硫酸钠.....	178
硫酸.....	24	六聚偏磷酸钠.....	182
硫酸（蓄电池用）.....	39	亚氯酸钠.....	184
氯磺酸.....	43	亚硝酸钠.....	186
硼酸.....	48	次氯酸钠溶液.....	188
磷酸.....	54	过氧碳酸钠.....	190
第二章 碱.....	58	过硼酸钠.....	191
氢氧化钠.....	58	次磷酸钠.....	193
氢氧化钠（化纤用）.....	67	重铬酸钠.....	195
氢氧化钠（离子交换膜法）.....	77	氟硅酸钠.....	197
氢氧化钡.....	86	高碘酸钠.....	200
氢氧化钾.....	89	偏硅酸钠.....	201
碳酸钠.....	93	硅酸钠.....	203
碳酸氢钠.....	98	硅酸钾钠.....	207
第三章 盐.....	102	黄血盐钠.....	210
第一节 钾盐.....	102	氰化钠.....	212
六氰合铁酸四钾（亚铁氰化钾）.....	102	氯酸钠.....	214
无水氟化钾.....	104	氯化磷酸三钠.....	217
过硫酸钾.....	106	焦磷酸钠.....	219
高氯酸钾.....	108	焦亚硫酸钠.....	220
高锰酸钾.....	112	硫化钠.....	222
硝酸钾.....	116	硫代硫酸钠.....	226
铁氰化钾.....	119	硫酸氢钠.....	228
氯化钾.....	121	硝酸钠.....	229
氯化钾（苦卤蒸发法）.....	125	溴酸钠.....	234
氯酸钾.....	131	磷酸二氢钠.....	237
硫酸铝钾.....	134	磷酸三钠.....	239
硫酸铬钾.....	136	磷酸氢二钠.....	242
焦磷酸钾.....	137	单氟磷酸钠（牙膏工业用）.....	246
碳酸钾.....	139	第三节 钙盐.....	249
碳酸氢钾.....	144		

天然碳酸钙	249
沉淀碳酸钙	252
活性沉淀碳酸钙	255
超细碳酸钙和超细活性碳酸钙	257
次氯酸钙(漂粉精)	260
氯化钙	262
氰氯化钙	264
漂白粉	267
漂白液	269
磷酸氢钙(牙膏工业用)	270
第四节 其他	273
二硫化钼	273
二硫化碳	276
七水硫酸镁	278
三氯化磷	280
无水氯化铝	281
水合碱式碳酸镁	284
五硫化二磷	288
电石	294
亚硫酸铵	299
亚硫酸氢铵	302
过硫酸铵	303
沉淀硫酸钡	305
改性超细沉淀硫酸钡	308
氟硅酸镁	309
结晶氯化铝	311
硅酸铝(玻璃态)	313
氯化亚铜	316
氯化亚锡	318
氯化钡	319
氯化铁	323
氯化锌	325
氯化镍(电镀用)	328
氰化亚铜	333
硫酸铵	335
硫酸锌	341
硫酸铝	347
硫酸锰	349
硫酸镍	352
硫氰酸铵	358
硝酸钡	360
聚磷酸铵	362
碳酸钡	365
碳酸锰(软磁铁氧体用)	368
碳酸锶	373
碳酸氢铵	380
碱式硫酸铬	386

碱式碳酸锌	388
聚合氯化铝	390
磷酸二氢锌	392
磷酸二氢锰	395
第四章 氧化物、单质产品	399
一氧化铅(粒状)	399
二氧化钛(非颜料用)	401
二氧化硫(液体)	404
二氧化硫脲	406
不溶性硫磺(橡胶用)	408
过氧化氢	411
活性氧化锌	413
氧化铁	417
氧化镁	423
氧化镁(软磁铁氧体用)	426
重质氧化镁	427
氧化亚铜	429
赤磷	431
黄磷	433
液氯	435
金属钠	439
硅胶	441
硅胶(薄层层析)	447
硅溶胶	449
铬酸酐	452
硫磺	453
精制硫磺粉	463
第五章 其他无机化工原料	469
水合肼	469
活性白土	471
颗粒白土	474
抛光膏	477
溴化锂溶液(制冷机用)	479
附录 无机化工产品通则	484
第一节 综合性基础标准和通用方法标准	484
GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分 析)用标准溶液的制备	484
GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准 溶液的制备	500
GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用 制剂及制品的制备	507
GB/T 604—88 化学试剂 酸碱指示剂 pH 变色域测定通用方法	514
GB/T 608—88 化学试剂 氮测定通用方法	519
GB/T 610.1—88 化学试剂 砷测定通用方	

法 砷斑法	522	GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法	621
GB/T 611—88 化学试剂 密度测定通用方法	522	GB/T 7686—87 化工产品中砷含量测定的通用方法	632
GB/T 615—88 化学试剂 沸程测定通用方法	524	GB/T 8170—87 数值修约规则	635
GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法	529	GB/T 9723—88 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则	637
GB/T 2366—86 化工产品中水分含量的测定 气相色谱法	531	GB/T 9724—88 化学试剂 pH 值测定通则	641
GB/T 2922—82 化学试剂色谱载体比表面积测定方法	534	GB/T 9734—88 化学试剂 铝测定通用方法	642
GB/T 3049—86 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法	537	GB/T 12519—90 分析仪器通用技术条件	643
GB/T 3050—82 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法	541	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	645
GB/T 3051—82 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法	544	ZBN 5005—89 原子吸收测量用校准溶液的制备方法	649
GB/T 3723—83 工业用化学产品采样安全通则	548	ZBN 53003—88 极谱仪试验溶液制备方法	653
GB/T 4472—84 化工产品密度、相对密度测定通则	553	第二节 一般通用方法标准	655
GB/T 4650—84 工业用化学产品采样词汇	582	GB/T 1717—86 颜料水悬浮液 pH 值的测定	655
GB/T 6003—85 试验筛	584	GB/T 1864—89 颜料颜色的比较	656
GB/T 6283—86 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）	591	GB/T 5211.2—85 颜料水溶物测定 热萃取法	657
GB/T 6284—86 化工产品中水分含量的测定 重量法（通用方法）	599	GB/T 5211.3—85 颜料在 105℃挥发物的测定	658
GB/T 6488—86 化工产品折光率测定法	600	GB/T 5211.15—88 颜料吸油量的测定	659
GB/T 6678—86 化工产品采样总则	600	GB/T 5211.18—88 颜料筛余物的测定 水法手工操作	660
GB/T 6679—86 固体化工产品采样通则	611	GB/T 5950—86 建筑材料与非金属矿产品白度试验方法通则	661
GB/T 6680—86 液体化工产品采样通则	614	GB/T 9087—88 用于色度和光度测量的粉体标准白板	664
GB/T 6681—86 气体化工产品采样通则	614	GB/T 8449—87 食品添加剂中铅的测定方法	666
		GB/T 8450—87 食品添加剂中砷的测定方法	667

第二部分 有机化工产品

第一章 基本有机化工产品	673	乙二醇	692
乙醇	673	二乙烯苯	701
乙苯	678	丁二烯	705
乙烯	681	三氯异氰尿酸	721

六氯乙烷·····	722	二氯甲烷·····	825
丙烯·····	723	三乙胺·····	827
石油甲苯·····	731	三乙醇胺·····	828
石油苯·····	734	三甲胺水溶液·····	828
石油邻二甲苯·····	734	三氟一氯甲烷 (F ₁₃) ·····	829
石油混合二甲苯·····	738	三氟三氯乙烷·····	830
α-甲基吡啶·····	739	三氯甲烷·····	832
β-甲基吡啶馏分·····	741	三聚氰胺·····	834
甲基萘·····	741	六亚甲基四胺·····	836
四氯乙烯·····	743	双氰胺·····	838
甲醇·····	746	正丁醇·····	841
甲醇钠甲醇溶液·····	748	丙烯腈·····	842
合成乙醇·····	749	丙烯酸-2-乙基己酯 ·····	852
纯吡啶·····	752	丙烯酸乙酯·····	854
辛醇 (2-乙基己醇) ·····	752	丙烯酸正丁酯·····	856
苯乙烯·····	755	丙烯酸甲酯·····	859
粗苯·····	764	丙烯酸 (聚合级) ·····	861
烷基苯·····	766	丙烷、丁烷·····	863
溴乙烷·····	770	丙酮·····	873
溶解乙炔·····	772	甲基丙烯酸甲酯·····	876
精对苯二甲酸 (PTA) ·····	773	四氯化碳·····	878
第二章 一般有机化工产品·····	782	甲酸·····	880
一乙胺·····	782	甲醛溶液·····	883
一乙醇胺·····	783	冰乙酸·····	901
一甲胺水溶液·····	784	异丙醇·····	903
一异丙胺·····	786	合成正丁醇·····	906
一氟三氯甲烷 (F ₁₁) ·····	787	合成苯酚·····	908
乙酰乙酸乙酯·····	788	过氧化苯甲酰·····	910
乙酰苯胺·····	789	环己酮·····	912
乙酸乙酯·····	791	环氧乙烷·····	914
乙酸丁酯·····	794	环氧丙烷·····	916
乙酸钴·····	794	环氧氯丙烷·····	920
乙酸酐·····	797	季戊四醇·····	922
乙酸梯·····	799	1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮 ·····	924
乙酸锰·····	801	顺丁烯二酸酐·····	925
乙醚·····	803	草酸·····	926
二乙胺·····	805	GF 浮选剂 ·····	928
二乙醇胺·····	806	L-胱氨酸·····	929
十二醇·····	809	脂肪烷基二甲基叔胺·····	931
己内酰胺·····	812	氨基乙酸·····	934
二甲胺水溶液·····	817	癸二酸·····	935
二甲基甲酰胺·····	817	硝酸胍·····	936
二苯醚·····	818	硝基甲烷·····	938
二氟一氯甲烷 (F ₂₂) ·····	820	硫脲·····	940
二氟一氯甲烷 (四氟乙烯用) ·····	821	氯乙醇·····	941
二氟二氯甲烷 (F ₁₂) ·····	823	氯化苄·····	943
1,2-二氯乙烷·····	823	氯苯·····	945

新戊二醇·····	947	·····	991
磺胺·····	949	GB/T 4120.5—92 工业液体氯代甲烷类产品	
磷酸三甲苯酯·····	950	中微量水分的测定 浊	
磷酸三苯酯·····	953	点法 ·····	992
附录 有机化工产品通则·····	956	GB/T 4120.6—92 工业液体氯代甲烷类产	
GB/T 255—77 石油产品馏程测定法 ·····	956	品的包装、标志、贮存、	
GB/T 259—88 石油产品水溶性酸及碱测定		运输和检验规则 ·····	993
法 ·····	959	GB/T 4756—84 石油和液体石油产品取	
GB/T 605—88 化学试剂 色度测定通用方		样法 (手工法) ·····	993
法 ·····	960	GB/T 5177.1—85 工业烷基苯色泽的测定	
GB/T 613—88 化学试剂 比旋光度测定通		·····	1004
用方法 ·····	962	GB/T 5178—85 工业直链烷基苯磺酸钠平	
GB/T 614—88 化学试剂 折光率测定通用		均相对分子量的测定	
方法 ·····	963	气液色谱法 ·····	1005
GB/T 617—88 化学试剂 熔点范围测定通		GB/T 5831—86 气体中微量氧的测定 比	
用方法 ·····	964	色法 ·····	1008
GB/T 618—88 化学试剂 结晶点测定通用		GB/T 6324.1—86 有机化工产品水溶性试	
方法 ·····	966	验方法 ·····	1023
GB/T 1664—95 增塑剂外观色度的测定		GB/T 6324.2—86 挥发性有机液体 水浴	
·····	967	上蒸发后干残渣测定	
GB/T 1815—79 苯类产品溴价测定法 ·····	969	的通用方法 ·····	1023
GB/T 1816—79 苯类产品反应测定法 ·····	969	GB/T 6324.3—93 有机化工产品还原高锰	
GB/T 2012—89 芳烃酸洗试验法 ·····	970	酸钾物质的测定方	
GB/T 2013—80 苯类产品密度测定法 ·····	972	法 ·····	1024
GB/T 2288—80 焦化产品水分测定方法		GB/T 6324.4—86 有机液体化工产品微量	
·····	972	硫的测定 微库仑	
GB/T 3143—82 液体化学产品颜色测定法		法 ·····	1026
(Hazen 单位——铂-钴		GB/T 6324.5—86 有机化工产品中羰基化	
色号) ·····	974	合物含量的测定 容	
GB/T 3144—82 甲苯中烃类杂质的气相色谱		量法 ·····	1028
测定法 ·····	975	GB/T 6324.6—86 有机化工产品中微量羰	
GB/T 3146—82 苯类产品馏程测定法 ·····	978	基化合物含量的测定	
GB/T 3209—82 苯类产品蒸发残留量的测		光度法 ·····	1029
定法 ·····	984	GB/T 6489.1—86 工业用邻苯二甲酸酯类	
GB/T 3396—82 聚合级乙烯、丙烯中微量		的检验方法 热处理	
氧的测定 原电池法		后的色泽测量 ·····	1031
·····	985	GB/T 6489.2—86 工业用邻苯二甲酸酯类	
GB/T 3727—83 聚合级乙烯、丙烯中微量		的检验方法 酸度的	
水的测定 卡尔·费休		测定 ·····	1031
法 ·····	987	GB/T 6489.3—86 工业用邻苯二甲酸酯类	
GB/T 4120.1—83 工业液体氯代甲烷色度		的检验方法 酯含量	
(铂-钴标度)的测定		的测定 皂化滴定	
·····	989	法 ·····	1032
GB/T 4120.2—83 工业液体氯代甲烷密度的		GB/T 6489.4—86 工业用邻苯二甲酸酯类	
测定 密度计法 ·····	990	闪点的测定 克利夫	
GB/T 4120.3—92 工业液体氯代甲烷类产品		兰开口杯法 ·····	1033
中酸度的测定 滴定法		GB/T 6600—86 工业用裂解碳四的组成测	

	定 气相色谱法	1036
GB/T 6601—86	工业用裂解碳四 液态采样法	1039
GB/T 6603—86	工业用裂解碳四密度或相对密度的测定 压力浮计法	1042
GB/T 6605—86	工业用裂解碳四中微量水的测定 卡尔·费休法	1044
GB/T 6606—86	工业用裂解碳四中 α -炔烃含量的测定 硝酸银法	1049
GB/T 7374—87	工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 重量法	1051
GB/T 7375—87	工业用氟代甲烷类纯度的测定 气相色谱法 ..	1053
GB/T 7376—87	工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 卡尔·费休法	1055
GB/T 7531—87	有机化工产品灰分的测定	1057
GB/T 7532—87	有机化工产品中重金属含量测定的通用方法 目视限量法	1058
GB/T 7533—93	有机化工产品结晶点的测定方法	1059
GB/T 7534—87	工业用挥发性有机液体沸程的测定	1061
GB/T 9722—88	化学试剂 气相色谱法通则	1067
GB/T 10670—89	工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 电解法	1074
GB/T 11141—89	轻质烯烃中微量硫的测	

	定 氧化微库仑法	1075
GB/T 12700—90	石油产品和烃类化合物硫含量的测定 Wickbold 燃烧法	1080
ZB/TG 15015.1—88	对苯二甲酸二甲酯灰分测定法	1091
ZB/TG 15015.2—88	对苯二甲酸二甲酯酯交换率的测定 ..	1092
ZB/TG 15015.3—88	对苯二甲酸二甲酯色度测定法 (铂-钴标号)	1094
ZB/TG 15015.4—88	对苯二甲酸二甲酯挥发分的测定 真空干燥法	1096
ZB/TG 15015.5—88	对苯二甲酸二甲酯结晶点测定法	1097
ZB/TG 16003—88	工业用异丁烯纯度及其烃类杂质的测定 气相色谱法	1098
ZB/TG 16011—89	芳烃溴指数的测定 电位滴定法	1101
ZB/TG 16015—89	高纯度烃类结晶点测定法	1102
ZB/TG 16018—89	碳四烃类中羰基化合物含量的测定 容量法	1107
ZB/TG 17006—87	丙烯酸及丙烯酸酯类单体中 4-甲氧基酚的测定	1109
ZB/TG 17007—87	丙烯酸酯类酸度的测定 容量法	1110
SH/T 0233—92	液化石油气采样法	1111
SH/T 0253—92	轻质石油产品中总硫含量测定法电量法	1112

第一部分 无机化工产品

第一章 酸

无水氟化氢

一、本方法来源和适用范围

来源于 GB 7746—97。它适用于无水氟化氢的分析。

二、产品基本物化参数和用途

分子式：HF

相对分子质量：20.006（按 1993 年国际相对原子质量）

沸点：19.5℃

用途：它主要用于制取氟化剂、氟卤烷烃和试剂氢氟酸及其他含氟产品。

三、定量分析

1. 水分的测定

(1) 原理

使用封闭流动式电导池，测得无水氟化氢的电导率，再从测定无水氟化氢水分的工作曲线上查得相应的水分。

(2) 试剂和溶液

氯化钾标准溶液 A： $c(\text{KCl})=0.1000\text{mol/L}$ 。称取在 500~600℃灼烧至质量恒定的 7.455g 氯化钾，溶于水，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。

氯化钾标准溶液 B： $c(\text{KCl})=0.0100\text{mol/L}$ 。移取 100mL 氯化钾标准溶液 A，置于 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液临用时制备。

(3) 仪器和设备

电导池：用内径 20mm 聚乙烯管或聚四氟乙烯管制作的，在管中装有两个光滑的棒状金或铂电极，间距为 100mm，直径为 2.0mm（见图 1-1-1）。

电导仪：测量范围 0~100mS/cm。

聚乙烯瓶：容积 500mL，带有气液相管。

温度计：分度值 0.1℃，测量范围——室温，温度计用聚四氟乙烯包住，以防氟化氢的腐蚀。

注射针头：4 号或 5 号医用针头。

(4) 电导池常数的测定

将电导池仔细地在干燥的热气流中干燥好，再注入所需浓度的氯化钾标准溶液（先冲洗 2~3 次），然后把电导池电极与电导仪相连接，电导池上口插入水银温度计，同时测量电导池内溶液的电导值及温度，重复测量 5 次以上，取测量平均值作为氯化钾标准溶液的电导值及温度，并由表 1 查出上述温度下氯化钾标准溶液的电导率。

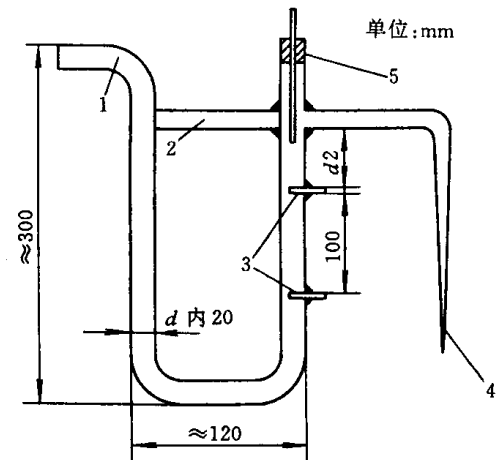


图 1-1-1 电导池

1—试样入口；2—塑料焊接支撑；3—塑料焊接固定铂电极；4—塑料焊接试样出口毛细管；5—带聚乙烯套管的温度计

表 1 氯化钾标准溶液的电导率

电导率/S/cm 温度/℃	$c(\text{KCl})=0.1000\text{mol/L}$	$c(\text{KCl})=0.0100\text{mol/L}$
10	0.00933	0.001020
11	0.00956	0.001045
12	0.00979	0.001070
13	0.01002	0.001095
14	0.01025	0.001121
15	0.01048	0.001147
16	0.01072	0.001173
17	0.01095	0.001199
18	0.01119	0.001225
19	0.01143	0.001251
20	0.01167	0.001278
21	0.01191	0.001305
22	0.01215	0.001332
23	0.01239	0.001359
24	0.01264	0.001386
25	0.01288	0.001413
26	0.01313	0.001441
27	0.01337	0.001468
28	0.01362	0.001496
29	0.01387	0.001524
30	0.01412	0.001552

电导池常数 Q 按 (1) 式计算：

$$Q=K/G \quad (1)$$

式中 K ——在给定温度下氯化钾标准溶液的电导率，S/cm；

G ——测得氯化钾标准溶液的电导值, S 。

电导池常数三个月检查一次。

(5) 分析步骤

①本底样本的选取

选取水分低及杂质较少的瓶装无水氟化氢作为本底样本。

②工作曲线的绘制

向已知电导值的本底样本中,准确计量添加水,制备无水氟化氢中水分分为 $0.01\% \sim 0.06\%$ 的系列标样,在规定温度下(推荐 10°C)测其电导值。用外推法推定无水氟化氢本底样本中水分的质量分数。以本底样本和各次定量添加水的总百分含量为横坐标,相应的电导率为纵坐标,绘制工作曲线。

③测定

将处理干净干燥的电导池置于通风橱内或通风良好的场所的固定架上,用带聚乙烯管的螺帽接头,将钢瓶或槽罐的液相管与电导池连接好,同时把温度计和电导池连接好,而后小心缓慢地打开钢瓶或槽罐的液相阀门,使试样冲洗测定系统至稳定,关闭阀门。测定装置示意图见图 1-1-2。待温度升到与工作曲线绘制时的相同温度(误差不超过 $\pm 0.5^\circ\text{C}$)时测量其电导值,该电导值乘以电导池常数即为该试样的电导率。由工作曲线上查出被检样品的水分质量分数 (w_1)。

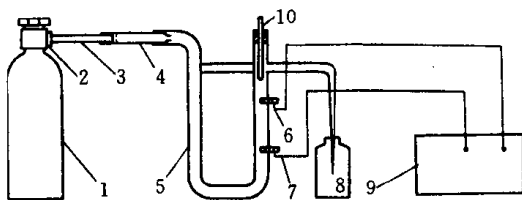


图 1-1-2 电导法测定水分流程示意图

1—试样钢瓶；2—螺帽接头；3—连接铜管；4—连接聚乙烯管；5—电导池；6, 7—测定导线；8—冲洗管道系统废酸收集瓶；9—电导仪；10—带聚乙烯套管的温度计

(6) 允许差

取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.005% 。

2. 氟硅酸含量的测定

(1) 原理

氟硅酸与氯化钠生成氟硅酸钠,蒸发除去氟化氢。在弱酸性介质中和能抑制氟干扰的硼酸存在下,硅酸盐与钼酸铵反应形成硅钼杂多酸(黄色)。再加 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 9mol/L 硫酸溶液和草酸溶液,以排除磷酸盐的干扰,随后,将硅钼杂多酸选择还原。在波长 795nm 处测量蓝色络合物的吸光度。

(2) 试剂和溶液

氯化钠溶液: 10g/L 。

硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 9mol/L 。

盐酸溶液: $c(\text{HCl})$ 约 2mol/L 。

硼酸溶液: 40g/L 。

草酸溶液: 100g/L 。

钼酸铵溶液: 100g/L (当溶液出现沉淀时需重新配制)。

还原液: 将 7g 无水亚硫酸钠溶于 50mL 水中,加 1.5g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸溶解,为 A 液,将 90g 偏重亚硫酸钠溶于 900mL 水中,为 B 液,混合 A 和 B 两种溶液并稀释至 1000mL ,必要时过滤,置溶液于冷暗处,避免阳光直接照射,使用期限不超过 20d 。

二氧化硅标准溶液 A: 1mL 相当于 $1.000\text{mgH}_2\text{SiF}_6$ 。称取经 1000°C 灼烧至质量恒定的二氧化硅 0.417g 于铂坩埚中,加 5g 无水碳酸钠,充分搅匀,置于 1000°C 的高温炉中使其慢慢熔融,放置冷却,加入热水溶解,冷却后全部移入 1000mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。立即转移到聚乙烯瓶中。此溶液至少每月重新制备一次。

二氧化硅标准溶液 B: 1mL 相当于 $0.050\text{mgH}_2\text{SiF}_6$ 。移取 50mL 二氧化硅标准溶液 A,置于 1000mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液临用时制备。

(3) 仪器和设备

分光光度计。

铂皿: 容积约 100mL 。

(4) 分析步骤

①工作曲线的绘制

在一系列 100mL 容量瓶中,分别加入 $0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00\text{mL}$ 和 10.00mL 二氧化硅标准溶液 B,加水至 10mL ,加 10mL 氯化钠溶液,在搅拌下加 4mL 盐酸溶液, 35mL 硼酸溶液,放置 5min ,加 10mL 钼酸铵溶液,摇匀,放置 15min ,在搅拌下分别加 5mL 草酸溶液, 20mL 硫酸溶液,摇匀后,再加 2mL 还原液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 20min 。

将分光光度计波长调整至 795nm 处,使用 2cm 吸收池,以水为参比,测定每个标准溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去 0 毫升溶液的吸光度。

以氟硅酸含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

②空白试验溶液的制备

在铂皿中加 5mL 水、 10mL 氯化钠溶液,摇匀。

③测定

在铂皿中盛有 10mL 氯化钠溶液,称量,精确至 0.01g ,加入稀释样(见五、说明) $4 \sim 5\text{g}$ (含试样约 1g),再次称量,精确至 0.01g ,以便计算所取稀释样的质量。同时与空白试验溶液按以下操作同样处理。置

于水浴上蒸干,加 10mL 水,35mL 硼酸溶液,放置 5min,加 4mL 盐酸溶液,10mL 钼酸铵溶液,混匀,将溶液全部移入 100mL 容量瓶中。以下按绘制工作曲线的操作步骤所述,从“放置 15min 后,……”开始,进行操作。

根据测得的吸光度,由标准曲线上查出氟硅酸含量。

(5) 分析结果的表述

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{w_6 \times m \times 1000} \times 100\% = \frac{0.1 \times (m_1 - m_2)}{w_6 \times m} \quad (2)$$

式中 w_2 ——氟硅酸的质量分数,%;

m_1 ——由工作曲线上查得试验溶液中氟硅酸量,mg;

m_2 ——由工作曲线上查得空白试验溶液中氟硅酸量,mg;

w_6 ——试样在稀释样中的质量分数(见五、说明),%;

m ——稀释样质量,g。

(6) 允许差

取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

3. 二氧化硫含量的测定

(1) 原理

加过量已知体积的碘标准滴定溶液于样品中,用硫代硫酸钠标准滴定溶液反滴过量的碘,然后根据碘的用量计算出二氧化硫含量。

(2) 试剂和溶液

碘标准滴定溶液: $c(1/2I_2)$ 约 0.01mol/L。取按 GB/T 601 配制的 $c(1/2I_2)$ 约 0.1mol/L 标准滴定溶液 100mL,稀释至 1000mL,该溶液临用时配制。

硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)$ 约 0.01mol/L。取按 GB/T 601 配制的 $c(Na_2S_2O_3)$ 约 0.1mol/L 标准滴定溶液 100mL,稀释至 1000mL,该溶液临用时配制。

碘化钾溶液:100g/L。

淀粉指示液:10g/L。

(3) 仪器和设备

微量滴定管:分度值 0.02mL,容积 5mL 或 10mL;

带盖聚乙烯烧杯;容积约 250mL。

(4) 分析步骤

取 100mL 水置于带盖聚乙烯烧杯中,准确加入 5.00mL 碘标准滴定溶液,加 1mL 碘化钾溶液,称量,精确至 0.1g,加约 25mL 稀释样(见五、说明),再次称量,精确至 0.1g,以便计算所取稀释样的质量。静置几分钟,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加 1mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失。

同时以同样条件和同样试剂量,但不加稀释样进行空白试验。

(5) 分析结果的表述

$$w_3 = \frac{(V_0 - V_1) \times c_1 \times 0.032}{w_6 \times m} \times 100\% \\ = \frac{(V_0 - V_1) \times c_1 \times 3.2}{w_6 \times m} \quad (3)$$

式中 w_3 ——二氧化硫的质量分数,%;

V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

V_1 ——滴定试验溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

0.032——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(Na_2S_2O_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的二氧化硫质量;

w_6 ——试样在稀释样中的质量分数(见五、说明),%;

m ——稀释样质量,g。

(6) 允许差

取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

4. 不挥发酸含量的测定

(1) 原理

通过蒸发除去挥发酸后,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定不挥发酸。

(2) 试剂和溶液

氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH)$ 约 0.01mol/L。取按 GB 601 配制的 $c(NaOH)$ 约 0.1mol/L 标准滴定溶液 100mL,用不含二氧化碳的水稀释至 1000mL;该溶液临用时配制。

酚酞指示液:10g/L。将 1g 酚酞溶于 100mL 95% 的乙醇中,滴加氢氧化钠标准滴定溶液直至出现浅粉红色。

(3) 仪器和设备

铂皿:容积约 150mL;

聚乙烯滴管:容积 2mL。

(4) 分析步骤

称取 50g 稀释样(见五、说明)精确至 0.1g,置于铂皿中,在通风橱内的沸水浴上蒸发至近干,加 5mL 水蒸发(重复二次),加约 10mL 不含二氧化碳的水于铂皿中,加 3 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至浅粉红色。

(5) 分析结果的表述

$$w_4 = \frac{V \times c_1 \times 0.049}{w_6 \times m} \times 100\% = \frac{V \times c_1 \times 4.9}{w_6 \times m} \quad (4)$$

式中 w_4 ——不挥发酸(以 H_2SO_4 计)的质量分数,%;

V ——滴定时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.049——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的不挥发酸 (以 H_2SO_4 计) 的质量;

w_6 ——试样在稀释样中的质量分数 (见五、说明), %;

m ——稀释样质量, g。

(6) 允许差

取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

5. 氟化氢含量的计算

$$w_5 = 100 - (w_1 + w_2 + w_3 + w_4) \quad (5)$$

式中 w_5 ——氟化氢的质量分数, %;

w_1 ——水分, %;

w_2 ——氟硅酸含量, %;

w_3 ——二氧化硫含量, %;

w_4 ——不挥发酸 (以 H_2SO_4 计) 含量, %。

四、技术指标

外观: 在低温或在一定压力下是一种无色透明的液体, 具有强烈的刺激气味, 在空气中发烟。

无水氟化氢应符合表 2 要求。

表 2

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氟化氢含量/%	≥ 99.95	≥ 99.90	≥ 99.70
水分/%	≤ 0.03	≤ 0.06	≤ 0.10
氟硅酸含量/%	≤ 0.010	≤ 0.020	≤ 0.050
二氧化硫含量/%	≤ 0.007	≤ 0.015	≤ 0.030
不挥发酸 (以 H_2SO_4 计) 含量/%	≤ 0.005	≤ 0.020	≤ 0.050

五、说明稀释样的制备

将带塑料螺帽的接头与钢瓶或槽罐的液相管连接好, 打开钢瓶或槽罐的液相阀门, 使液态氟化氢冲洗管道 1~2min, 关上钢瓶或槽罐的液相阀门, 然后将塑料管插入已知重量冰水混合物的塑料瓶中, 打开钢瓶或槽罐的液相阀门, 使液态氟化氢慢慢通入冰水中 (边通边摇), 不要使氟化氢气体冒出, 通至试样含量 20%~25% 时 (每瓶取试样不少于 50g), 关闭钢瓶或槽罐的液相阀门, 再称量取样塑料瓶总质量, 精确至 0.1g。同一批稀释样混合后测定。

$$w_6 = \frac{m}{m_1 + m} \times 100\% \quad (6)$$

式中 w_6 ——稀释样的质量分数, %;

m ——引入的试样总质量, g;

m_1 ——冰水的总质量, g。

合 成 盐 酸

一、本方法来源和适用范围

来源于 GB 320—93, 它适用于由氯气和氢气合成的氯化氢气体, 用水吸收制得的工业用合成盐酸的分析。

二、产品基本物化参数和用途

分子式: HCl

分子量: 36.46

三、定量分析

1. 总酸度的测定——滴定法

(1) 原理

试料溶液以溴甲酚绿为指示剂, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。

反应式如下:



(2) 试剂和溶液

氢氧化钠标准滴定溶液: 1.000mol/L, 按 GB 601 配制及标定。

溴甲酚绿指示液: 1g/L 乙醇溶液, 按 GB 603 配制。

(3) 仪器

锥形瓶: 100mL (具磨口塞)。

(4) 分析步骤

吸取试样约 3mL, 置于内装 15mL 水并已称量 (精确至 0.0002g) 的锥形瓶中, 混匀并称量, 精确至 0.0002g。

加入 2~3 滴溴甲酚绿指示液, 用 1.000mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。

(5) 分析结果的表述

$$w = \frac{c \cdot V \times 0.03646}{m} \times 100\% = \frac{c \cdot V}{m} \times 3.646$$

式中 w ——盐酸的总酸度 (以 HCl 计) 的质量分数, %;

V ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.03646——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氯化氢的质量。

(6) 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2%, 取其算术平均值为最终测定结果。

2. 铁含量的测定——邻菲罗啉分光光度法