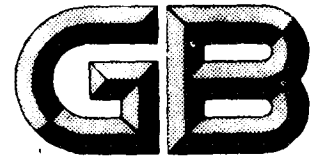


UDC 54-41  
G 62

001-7.1



# 中华人民共和国国家标准

---

GB 622-89	GB 1293-89	GB 10728-89
GB 625-89	GB 10704-89	GB 10729-89
GB 626-89	GB 10705-89	
GB 631-89	GB 10724-89	
GB 682-89	GB 10725-89	
GB 886-89	GB 10726-89	
GB 1279-89	GB 10727-89	

## 化学试剂 (1990)

Chemical reagent

1989-03-31发布

1989-12-01实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
化 学 试 剂  
(1990)

\*

中国标准出版社出版  
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售  
版权专有 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 印张 41.2 字数 135 000  
1990年12月第一版 1990年12月第一次印刷  
印数 1—6 000

\*

书号: 155066·1-7612 定价 2.40 元

\*

标 目 149—13

# 目 录

GB 622—89	化学试剂	盐酸	(1)
GB 625—89	化学试剂	硫酸	(6)
GB 626—89	化学试剂	硝酸	(11)
GB 631—89	化学试剂	氨水	(15)
GB 682—89	化学试剂	三氯甲烷	(20)
GB 686—89	化学试剂	丙酮	(24)
GB 1279—89	化学试剂	硫酸铁(Ⅲ)铵	(28)
GB 1293—89	化学试剂	1,10-菲啰琳	(33)
GB 10704—89	化学试剂	8-羟基喹啉	(36)
GB 10705—89	化学试剂	5-磺基水杨酸	(40)
GB 10724—89	化学试剂	无火焰(石墨炉)原子吸收光谱法通则	(44)
GB 10725—89	化学试剂	电感耦合高频等离子体原子发射光谱法通则	(53)
GB 10726—89	化学试剂	溶剂萃取-原子吸收光谱法测定金属杂质通用方法	(64)
GB 10727—89	化学试剂	二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)	(66)
GB 10728—89	化学试剂	百里香酚酞	(69)
GB 10729—89	化学试剂	酚酞	(71)

中华人民共和国国家标准

# 化学试剂 盐酸

GB 622—89

代替 GB 622—77

Chemical reagent  
Hydrochloric acid

本标准参照采用国际标准ISO 6353/2—1983《化学分析试剂——第2部分：规格——第一批》中R 13“盐酸”。

本试剂为无色透明的氯化氢水溶液，在空气中发烟，有刺激臭味，其密度为1.18g/mL。

分子式：HCl

相对分子质量：36.46（按1987年国际原子量）

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂盐酸的技术要求、试验方法、检验规则、包装及标志。

本标准适用于化学试剂盐酸的检验。

## 2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB 610.1 化学试剂 砷测定通用方法（砷斑法）

GB 619 化学试剂 采样及验收规则

GB 6682 实验室用水规格

GB 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

HG 3—119 化学试剂 包装及标志

## 3 技术要求

3.1 盐酸（HCl）含量：36%~38%。

3.2 外观：合格。

3.3 杂质最高含量（指标以百分含量计）：

名 称	%		
	优 级 纯	分 析 纯	化 学 纯
灼烧残渣 (以硫酸盐计)	0.000 5	0.000 5	0.002
游离氯 (Cl <sub>2</sub> )	0.000 05	0.000 1	0.000 2
硫酸盐 (SO <sub>4</sub> )	0.000 1	0.000 2	0.000 5
亚硫酸盐 (SO <sub>3</sub> )	0.000 1	0.000 2	0.001
铁 (Fe)	0.000 01	0.000 05	0.000 1
铜 (Cu)	0.000 01	0.000 01	0.000 1
砷 (As)	0.000 003	0.000 005	0.000 01
锡 (Sn)	0.000 1	0.000 2	0.000 5
铅 (Pb)	0.000 02	0.000 02	0.000 05

4 试验方法

本试验方法中滴定分析用标准溶液、杂质测定用标准溶液和所用制剂及制品按GB 601、GB 602、GB 603之规定制备；实验用水应符合GB 6682中三级水规格。

4.1 盐酸 (HCl) 含量测定

将15mL水注入具塞轻体锥形瓶中，称量，加3mL试样，立即盖好瓶塞轻轻摇动、冷却、再称量，两次称量均须称准至0.0001g，加20mL水，加2滴甲基红指示液(1g/L)，用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1mol/L]滴定至溶液呈黄色。

盐酸(HCl)含量按下式计算：

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.03646}{m} \times 100$$

式中：X——盐酸之百分含量，%；

V——氢氧化钠标准滴定溶液之用量，mL；

c——氢氧化钠标准滴定溶液之浓度，mol/L；

m——试样质量，g；

0.03646——与1.00mL氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1.000mol/L]相当的，以克表示的盐酸的质量。

4.2 外观

量取50mL试样，于50mL比色管中，沿比色管直径对光观察，与同体积水比较，应透明无机机械杂质。在白色背景下，沿比色管轴线方向观察，试样颜色不得深于GB 605规定之色度标准：

优级纯..... 5黑曾单位；

分析纯、化学纯..... 10黑曾单位。

4.3 杂质测定

试样须量准至0.1mL。

4.3.1 灼烧残渣

量取170mL(200g)[化学纯量取85mL(100g)]试样，置于已在650±50℃恒重的石英皿中，加2滴硫酸，在水浴上蒸发至近干，加热至硫酸蒸气逸尽，在650±50℃高温炉中灼烧至恒重。残渣质量不得大于：

优级纯、分析纯..... 1.0mg；

化学纯..... 2.0mg。

### 4.3.2 游离氯

#### 4.3.2.1 制剂的制备

##### a. 邻联甲苯胺溶液

称取0.1g 邻联甲苯胺，加3 mL 盐酸及少量水溶解，稀释至100 mL。

##### b. 无游离氯的盐酸

盐酸按4.3.2.2条方法操作，如无色即认为无游离氯。

#### 4.3.2.2 测定方法

量取8.5 mL (10g) 试样，加25 mL 水及1 mL 邻联甲苯胺溶液，所呈黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量游离氯的杂质标准溶液：

优级纯.....0.005 mg Cl<sub>2</sub>;

分析纯.....0.010 mg Cl<sub>2</sub>;

化学纯.....0.020 mg Cl<sub>2</sub>。

加8.5 mL (10g) 无游离氯的盐酸，与试样同时同样处理。

#### 4.3.3 硫酸盐

量取8.5 mL (10g) 试样，加0.2 mL 无水碳酸钠溶液 (50g/L)，在水浴上蒸干。残渣溶于15 mL 水中，加0.5 mL 盐酸溶液 (20%)。

将0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液与1 mL 氯化钡溶液 (250g/L) 混合 (晶种液)，准确放置1 min，加入上述已酸化的试样溶液，稀释至25 mL，摇匀，放置5 min，所呈浊度不得大于标准。

标准是取0.2 mL 无水碳酸钠溶液 (50g/L) 及含下列数量硫酸盐的杂质标准溶液：

优级纯.....0.01 mg SO<sub>4</sub>;

分析纯.....0.02 mg SO<sub>4</sub>;

化学纯.....0.05 mg SO<sub>4</sub>。

稀释至15 mL 水，与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.4 亚硫酸盐

##### 4.3.4.1 碘-碘化钾溶液的制备

称取1 g 碘化钾，溶于50 mL 无氧的水中，加入下列数量的碘标准滴定溶液 [ $c(\frac{1}{2}I_2) = 0.01$  mol/L]：

优级纯.....0.09 mL;

分析纯.....0.18 mL;

化学纯.....0.90 mL。

加1 mL 淀粉指示液 (10g/L)，摇匀。

##### 4.3.4.2 测定方法

量取30 mL (35g) 试样，用无氧的水稀释至50 mL，加到碘-碘化钾溶液中，摇匀，所呈蓝色不得褪尽。

#### 4.3.5 铁

量取17 mL (20g) 试样，加2滴硫酸，在水浴上蒸发至近干。残渣溶于15 mL 水，用氨水调节试液pH值至2，加1 mL 抗坏血酸溶液 (20g/L)、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈4.5) 及1 mL 1,10-菲罗啉溶液 (2g/L)，稀释至25 mL，摇匀，放置15 min。所呈红色不得深于标准。

标准是取含下列数量铁的杂质标准溶液：

优级纯.....0.002 mg Fe;

分析纯.....0.010 mg Fe;

化学纯.....0.020 mg Fe。

加2滴硫酸及15 mL 水，与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.6 铜

按火焰原子吸收光谱法测定。

##### 4.3.6.1 仪器条件

光源：铜空心阴极灯；

波长：324.7nm；

火焰：乙炔—空气。

##### 4.3.6.2 测定方法

量取42.5mL (50g) 试样，置于石英蒸发皿中，在水封蒸发器内，蒸发至近干，加1mL 盐酸溶液 (15%) 及适量水溶解残渣，稀释至10mL。按GB 9723第6.2.1条之规定测定。

##### 4.3.7 砷

量取34mL (40g) 试样，加4mL 硝酸和5mL 硫酸，在水浴上蒸至近干，加热至硫酸蒸气开始逸出，冷却，在搅拌下小心地加25mL 水，再于水浴上蒸至近干，加热至硫酸蒸气开始逸出。加水稀释及蒸发操作重复两次，冷却。按GB 610.1之规定测定。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量砷的杂质标准溶液：

优级纯.....	0.0012mgAs；
分析纯.....	0.0020mgAs；
化学纯.....	0.0040mgAs。

稀释至70mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

##### 4.3.8 锡

量取1.7mL (2g) 试样，加3滴硫酸及1滴硝酸，在水浴上蒸至近干，加10mL 水及0.25mL 30%过氧化氢，于40~50℃水浴中放置5min，加0.5mL 饱和尿素溶液，用氨水溶液 (10%) 调节溶液pH值6~7，加0.4mL 盐酸溶液 (20%) 及0.4mL 苯基荧光酮溶液 (0.1g/L)，摇匀，放置45min，所呈红色不得深于标准。

标准是取含下列数量锡的杂质标准溶液：

优级纯.....	0.002mgSn；
分析纯.....	0.004mgSn；
化学纯.....	0.010mgSn。

与试样同时同样处理。

##### 4.3.9 铅

按火焰原子吸收光谱法测定。

##### 4.3.9.1 仪器条件

光源：铅空心阴极灯；

波长：283.3nm；

火焰：乙炔—空气。

##### 4.3.9.2 测定方法

量取59.5mL (70g) 试样，置于石英蒸发皿中在水封蒸发器内蒸发至近干，加1mL 盐酸溶液 (15%) 及适量水溶解残渣，稀释至10mL。按GB 9723第6.2.1条之规定测定。

## 5 检验规则

按GB 619之规定进行采样及验收。

## 6 包装及标志

### 6.1 包装

按HG 3—119之规定。

内包装形式：X - 1，X - 4；

外包装形式：W - 1；

包装单位：第 4、5 类。

## 6.2 标志

按 HG 3—119 之规定，并注明“腐蚀性物品”。

---

### 附加说明：

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由南京化学试剂厂负责起草。

本标准主要起草人史建祥。

本标准于1965年首次发布，1977年修订。



化学试剂  
硫酸

GB 625—89

代替GB 625—77

Chemical reagent  
Sulfuric acid

本标准参照采用国际标准ISO 6353/2—1983《化学分析试剂——第2部分：规格——第一批》中R 37“硫酸”。

本试剂为无色透明液体，能与水或乙醇相混合，同时放出大量热，暴露空气中则迅速吸水，其密度为1.84g/mL。

分子式： $H_2SO_4$

相对分子质量：98.08（按1987年国际原子量）

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂硫酸的技术要求、试验方法、检验规则、包装及标志。  
本标准适用于化学试剂硫酸的检验。

### 2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB 619 化学试剂 采样及验收规则
- GB 3914 化学试剂 阳极溶出伏安法通则
- GB 6682 实验室用水规格
- HG 3—119 化学试剂 包装及标志

### 3 技术要求

- 3.1 硫酸（ $H_2SO_4$ ）含量：95%~98%。
- 3.2 外观：合格。
- 3.3 杂质最高含量（指标以百分含量计）：

名 称	%		
	优 级 纯	分 析 纯	化 学 纯
灼烧残渣(以硫酸盐计)	0.000 5	0.001	0.005
氯化物(Cl)	0.000 02	0.000 03	0.000 05
硝酸盐(NO <sub>3</sub> )	0.000 02	0.000 05	0.000 5
铵盐(NH <sub>4</sub> )	0.000 1	0.000 2	0.001
铁(Fe)	0.000 02	0.000 05	0.000 1
铜(Cu)	0.000 01	0.000 01	0.000 1
砷(As)	0.000 001	0.000 003	0.000 005
铅(Pb)	0.000 01	0.000 01	0.000 1
还原高锰酸钾物质(以SO <sub>2</sub> 计)	0.000 2	0.000 5	0.001

#### 4 试验方法

本试验方法中滴定分析用标准溶液, 杂质测定用标准溶液和所用制剂及制品按GB 601、GB 602、GB 603之规定制备; 实验用水应符合GB 6682中三级水规格。

##### 4.1 硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)含量测定

称取2g(约1.1mL)试样, 称准至0.0001g。注入盛有50mL水的具塞轻体锥形瓶中, 冷却, 加2滴甲基红指示液(1g/L), 用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH) = 1 mol/L]滴定至溶液呈黄色。

硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)含量按下式计算:

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.04904}{m} \times 100$$

式中: X——硫酸之百分含量, %;

V——氢氧化钠标准滴定溶液之用量, mL;

c——氢氧化钠标准滴定溶液之浓度, mol/L;

m——试样质量, g;

0.04904——与1.00mL氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH) = 1.000 mol/L]相当的, 以克表示的硫酸的质量。

##### 4.2 外观

量取50mL试样, 注入50mL比色管中。沿比色管直径对光观察, 与同体积水比较, 应透明无机机械杂质; 在白色背景下, 沿比色管轴线方向观察试样颜色不得深于GB 605规定之色度标准:

优级纯、分析纯..... 10黑曾单位;

化学纯..... 15黑曾单位。

##### 4.3 杂质测定

试样须量准至0.1mL。

###### 4.3.1 灼烧残渣

量取55mL(100g)试样, 注入已在650 ± 50℃恒重的石英皿中, 加热至硫酸蒸气逸尽, 于650 ± 50℃高温炉中灼烧至恒重。残渣质量不得大于:

优级纯..... 0.5 mg;

分析纯..... 1.0 mg;

化学纯..... 5.0 mg。

#### 4.3.2 氯化物

量取27 mL (50g) 试样, 注入20 mL 水中, 稀释至50 mL, 冷却, 加4 mL 硝酸溶液 (25%) 及1 mL 硝酸银溶液 (17g/L), 摇匀, 放置10 min, 所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量氯化物的杂质标准溶液:

优级纯.....	0.010 mg Cl <sub>2</sub> ;
分析纯.....	0.015 mg Cl <sub>2</sub> ;
化学纯.....	0.025 mg Cl <sub>2</sub> 。

稀释至50 mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.3 硝酸盐

##### 4.3.3.1 无硝酸盐的硫酸的制备

将硫酸 (优级纯) 按1+1 稀释后, 加热蒸发至冒强烈的硫酸蒸气, 冷却。重复处理一次。

##### 4.3.3.2 测定方法

量取15 mL 水, 加0.2 mL 钨钒子碱溶液 (50g/L), 在摇动下加入27.2 mL (50g) [化学纯加入10.9 mL (20g)] 试样, 冷却, 所呈黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量硝酸盐的杂质标准溶液:

优级纯.....	0.010 mg NO <sub>3</sub> ;
分析纯.....	0.025 mg NO <sub>3</sub> ;
化学纯.....	0.10 mg NO <sub>3</sub> 。

稀释至15 mL, 加入0.2 mL 钨钒子碱溶液 (50g/L), 在摇动下加入27.2 mL (化学纯加入10.9 mL) 无硝酸盐的硫酸。

#### 4.3.4 铵盐

量取5.5 mL (10g) 试样, 注入盛有15 mL 无氨的水的支管蒸馏瓶中, 用无氨的氢氧化钠溶液 (320g/L) 调节试液pH值6~7 (约24 mL), 稀释至140 mL。沿壁加入5 mL 氢氧化钠溶液 (320g/L), 加热蒸馏出75 mL, 用盛有5 mL 硫酸溶液 (0.5%) 的100 mL 比色管接收。加3 mL 氢氧化钠溶液 (320g/L) 及2 mL 纳氏试剂, 稀释至100 mL, 摇匀, 所呈黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量铵的杂质标准溶液:

优级纯.....	0.01 mg NH <sub>4</sub> ;
分析纯.....	0.02 mg NH <sub>4</sub> ;
化学纯.....	0.10 mg NH <sub>4</sub> 。

稀释至140 mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.5 铁

量取5.5 mL (10g) 试样, 注入石英皿中, 加热至近干, 冷却, 稀释至15 mL。用氨水溶液 (10%) 调节试液的pH值至2, 加1 mL 抗坏血酸溶液 (20g/L)、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH ≈ 4.5) 及1 mL 1,10-菲罗啉溶液 (2g/L), 稀释至25 mL, 摇匀, 放置15 min, 所呈红色不得深于标准。

标准是取含下列数量铁的杂质标准溶液:

优级纯.....	0.002 mg Fe;
分析纯.....	0.005 mg Fe;
化学纯.....	0.010 mg Fe。

稀释至15 mL, 用盐酸溶液 (15%) 调节试液pH值至2, 与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.6 铜

按阳极溶出伏安法测定。

##### 4.3.6.1 仪器

按GB 3914第4章之规定。

**4.3.6.2 试剂**

按GB 3914第5章之规定。

**4.3.6.3 测定条件**

预电解电位:  $-1.0\text{ V}$ ;

扫描电位范围:  $-1.0 \sim -0.05\text{ V}$ ;

溶出峰电位:  $-0.2\text{ V}$ 。

**4.3.6.4 测定方法**

量取 $2.7\text{ mL}$  ( $5\text{ g}$ ) [化学纯量取 $0.6\text{ mL}$  ( $1\text{ g}$ )]试样,注入石英皿中,加热至硫酸蒸气逸尽,冷却。残渣溶于 $30\text{ mL}$ 盐酸溶液 [ $c(\text{HCl}) = 0.1\text{ mol/L}$ ],置于电解池中,按GB 3914第6.1条之规定测定,从“通入适当时间氮气”开始,必要时校正空白。

**4.3.6.5 计算**

按GB 3914第6.2条之规定。

**4.3.7 砷**

量取 $27.2\text{ mL}$  ( $50\text{ g}$ )试样,加 $0.5\text{ g}$ 无水碳酸钠,加热至硫酸蒸气逸尽,冷却。残渣溶于 $20\text{ mL}$ 水中,注入定砷瓶中,加 $20\text{ mL}$ 氯化亚锡盐酸溶液、 $5\text{ mL}$ 碘化钾溶液 ( $150\text{ g/L}$ )及 $1\text{ mL}$ 硫酸铜溶液 ( $20\text{ g/L}$ ),摇匀,于暗处放置 $30 \sim 40\text{ min}$ 。加 $5\text{ g}$ 无砷锌于定砷瓶中,立即将塞有乙酸铅棉花及盛有 $5\text{ mL}$ 二乙基二硫代氨基甲酸银—三乙基胺—三氯甲烷溶液(吸收液)的吸收管装在定砷瓶上,反应 $25 \sim 35\text{ min}$ (避免阳光直射)。取下吸收管(勿使吸收液倒吸),用三氯甲烷将吸收液补充至 $5\text{ mL}$ ,混匀,所呈红色不得深于标准。

标准是取含下列数量砷的杂质标准溶液:

优级纯.....	$0.0005\text{ mg As}$ ;
分析纯.....	$0.0015\text{ mg As}$ ;
化学纯.....	$0.0025\text{ mg As}$ 。

稀释至 $20\text{ mL}$ ,与同体积试样溶液同时同样处理。

**4.3.8 铅**

按阳极溶出伏安法测定。

**4.3.8.1 仪器**

按GB 3914第4章之规定。

**4.3.8.2 试剂**

按GB 3914第5章之规定。

**4.3.8.3 测定条件**

预电解电位:  $-1.0\text{ V}$ ;

扫描电位范围:  $-1.0 \sim -0.05\text{ V}$ ;

溶出峰电位:  $-0.5\text{ V}$ 。

**4.3.8.4 测定方法**

同第4.3.6.4条。

**4.3.8.5 计算**

按GB 3914第6.2条之规定。

**4.3.9 还原高锰酸钾物质**

量取 $35\text{ mL}$  ( $64\text{ g}$ )试样,缓缓注入 $90\text{ mL}$ 水中,冷却至 $25^\circ\text{C}$ ,加入下列数量的高锰酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/5\text{ KMnO}_4) = 0.01\text{ mol/L}$ ]:

优级纯.....	$0.4\text{ mL}$ ;
分析纯.....	$1.0\text{ mL}$ ;
化学纯.....	$2.0\text{ mL}$ 。

摇匀，5 min内粉红色不得消失。

## 5 检验规则

按GB 619之规定进行采样及验收。

## 6 包装及标志

### 6.1 包装

按HG 3—119之规定。

内包装形式：X—1、X—4；

外包装形式：W—1；

包装单位：第4、5类。

### 6.2 标志

按HG 3—119之规定，并注明“腐蚀性物品”。

---

#### 附加说明：

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由成都化学试剂厂负责起草。

本标准主要起草人陈俊儒。

本标准于1965年首次发布，1977年修订。

中华人民共和国国家标准

# 化学试剂 硝酸

GB 626—89

代替GB 626—78

Chemical reagent  
Nitric acid

本标准参照采用国际标准ISO 6353/2—1983《化学分析试剂——第2部分：规格——第一批》中R19“硝酸”。

本试剂为无色或淡黄色透明液体，易分解，其密度为1.4 g/mL。

分子式： $\text{HNO}_3$

相对分子质量：63.01(按1987年国际原子量)

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂硝酸的技术要求、试验方法、检验规则、包装及标志。  
本标准适用于化学试剂硝酸的检验。

## 2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB 605 化学试剂 色度测定通用方法
- GB 619 化学试剂 采样及验收规则
- GB 6682 实验室用水规格
- GB 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- HG 3—119 化学试剂 包装及标志

## 3 技术要求

3.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ )含量：65%~68%。

3.2 外观：合格。

3.3 杂质最高含量(指标以百分含量计)：

名 称	优 级 纯	分 析 纯	化 学 纯
灼烧残渣 (以硫酸盐计)	0.000 5	0.001	0.002
氯化物 (Cl)	0.000 05	0.000 05	0.000 2
硫酸盐 (SO <sub>4</sub> )	0.000 1	0.000 2	0.001
铁 (Fe)	0.000 02	0.000 03	0.000 1
砷 (As)	0.000 001	0.000 001	0.000 005
铜 (Cu)	0.000 005	0.000 01	0.000 05
铅 (Pb)	0.000 005	0.000 01	0.000 05

#### 4 试验方法

本试验方法中滴定分析用标准溶液、杂质测定用标准溶液和所用试剂及制品按GB 601、GB 602、GB 603之规定制备；实验用水应符合GB 6682中三级水规格。

##### 4.1 硝酸 (HNO<sub>3</sub>) 含量测定

将15mL水注入具塞轻体锥形瓶中，称量，加0.8mL试样，立即盖好瓶塞轻轻摇动，冷却，再称量，二次称量须称准至0.0001g，加10滴溴甲酚绿—甲基红指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液 [c(NaOH) = 0.5 mol/L] 滴定至溶液呈绿色。

硝酸 (HNO<sub>3</sub>) 含量按下式计算：

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.06301}{m} \times 100$$

式中：X——硝酸之百分含量，%；

V——氢氧化钠标准滴定溶液之用量，mL；

c——氢氧化钠标准滴定溶液之浓度，mol/L；

m——试样质量，g；

0.06301——与1.00mL氢氧化钠标准滴定溶液 [c(NaOH) = 1.000 mol/L] 相当的，以克表示的硝酸的质量。

##### 4.2 外观

量取50mL试样，注入50mL比色管中，沿比色管直径对光观察，与同体积水比较应透明无机械杂质；在白色背景下，沿比色管轴线方向观察，试样颜色不得深于GB 605规定之色度标准：

优级纯、分析纯…………… 20黑曾单位；

化学纯…………… 25黑曾单位。

##### 4.3 杂质测定

试样须量准至0.1mL。

###### 4.3.1 灼烧残渣

量取143mL (200g) [分析纯、化学纯量取72mL (100g)] 试样，置于已在650 ± 50℃恒重的石英皿中，加0.25mL硫酸，在水浴上蒸至近干，加热至硫酸蒸气逸尽，在650 ± 50℃高温炉中灼烧至恒重。残渣质量不得大于：

优级纯、分析纯…………… 1.0 mg；

化学纯…………… 2.0 mg。

###### 4.3.2 氯化物

###### 4.3.2.1 试样溶液A的制备

量取143mL (200g) 试样, 注入石英蒸发皿中, 加0.1g无水碳酸钠, 在水浴上蒸发至干, 用热水溶解残渣, 稀释至40mL。

#### 4.3.2.2 测定方法

量取4mL 试样溶液A (4.3.2.1), 稀释至20mL, 加1mL 硝酸溶液 (25%) 及1mL 硝酸银溶液 (17g/L), 稀释至25mL, 摇匀, 放置10min, 所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量氯化物的杂质标准溶液:

优级纯、分析纯	0.01mg Cl <sub>2</sub> ;
化学纯	0.04mg Cl <sub>2</sub> 。

稀释至20mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.3 硫酸盐

量取4mL 试样溶液A (4.3.2.1), 稀释至10mL, 加0.5mL 盐酸溶液 (20%)。

将0.25mL 硫酸钾乙醇溶液与1mL 氯化钡溶液 (250g/L) 混合 (晶种液), 准确放置1min, 加入上述已酸化的试样溶液, 稀释至25mL, 摇匀, 放置5min, 所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量硫酸盐的杂质标准溶液:

优级纯	0.02mg SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ;
分析纯	0.04mg SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ;
化学纯	0.20mg SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 。

稀释至10mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.4 铁

量取10mL (化学纯量取4mL) 试样溶液A (4.3.2.1), 稀释至15mL, 用盐酸溶液 (15%) 调节试液pH值至2, 加1mL 抗坏血酸溶液 (20g/L)、5mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈4.5) 及1mL 1,10-菲啉溶液 (2g/L), 稀释至25mL, 摇匀, 放置15min, 所呈红色不得深于标准。

标准是取含下列数量铁的杂质标准溶液:

优级纯	0.010 mg Fe;
分析纯	0.015 mg Fe;
化学纯	0.020 mg Fe。

稀释至15mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.5 砷

量取20mL 试验溶液A (4.3.2.1), 注入定砷瓶中, 加20mL 氯化亚锡盐酸溶液、5mL 碘化钾溶液 (150g/L) 和1mL 硫酸铜溶液 (20g/L), 摇匀, 于暗处放置30~40min, 加8g 无砷锌于定砷瓶中, 立即将塞有乙酸铅棉花并盛有5mL 乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺三氯甲烷溶液 (吸收液) 的吸收管装在定砷瓶上, 反应25~35min (避免阳光直射)。取下吸收管 (勿使吸收液倒吸), 用三氯甲烷将吸收液补充至5mL, 混匀, 所呈紫红色不得深于标准。

标准是取含下列数量砷的杂质标准溶液:

优级纯、分析纯	0.001mg As;
化学纯	0.005mg As。

稀释至20mL, 与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.6 铜

按火焰原子吸收光谱法测定。

##### 4.3.6.1 仪器条件

光源: 铜空心阴极灯;

波长: 324.7nm;

火焰: 乙炔-空气。



#### 4.3.6.2 测定方法

量取143 mL (200g) 试样, 注入石英蒸发皿中, 加0.1g 无水碳酸钠, 在水浴上蒸发至干。用热水溶解残渣, 稀释至10 mL。按GB 9723第6.2.1条之规定测定。

#### 4.3.7 铅

按火焰原子吸收光谱法测定。

##### 4.3.7.1 仪器条件

光源: 铅空心阴极灯;

波长: 283.3nm;

火焰: 乙炔-空气。

##### 4.3.7.2 测定方法

同第4.3.6.2条。

### 5 检验规则

按GB 619之规定进行采样及验收。

### 6 包装及标志

#### 6.1 包装

按HG 3—119之规定。

内包装形式: X-1、X-4 (包装时应包避光纸), X<sub>z</sub>-1、X<sub>z</sub>-4;

外包装形式: W-2;

包装单位: 第4、5类。

#### 6.2 标志

按HG 3—119之规定, 并注明“腐蚀性物品”及“氧化剂”。

#### 附加说明:

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由重庆化学试剂厂负责起草。

本标准主要起草人黎宗明、文艺。

本标准于1965年首次发布, 1978年修订。