

中华人民共和国化学工业部  
ZHONGHUA RENMIN GONGHEGUO HUAXUE GONGYEBU

部頒化学試剂暫行标准  
BUBAN HUAXUE SHIJI ZANXING BIAOZHUN

# 无机化学試剂

第四册



北 京

1964

# 无机化学试剂暂行标准第四册目录

HGB 3212-60	磷酸二氢钙	1
HGB 3213-60	碱石灰	6
HGB 3214-60	酸洗石棉	8
HGB 3215-60	氯化铜	9
HGB 3216-60	溴化亚铜	12
HGB 3217-60	无水硫酸铜	15
HGB 3218-60	氯化亚铜	17
HGB 3219-60	溴化铜	21
HGB 3220-60	碳酸铜	23
HGB 3221-60	碘酸银	26
HGB 3222-60	硫酸银	28
HGB 3223-60	碘	31
HGB 3224-60	氯化铅	33
HGB 3225-60	铬酸铅	36
HGB 3226-60	硝酸铅	39
HGB 3227-60	二氧化铅	42
HGB 3228-60	红色氧化铅	47
HGB 3229-60	铅	51
HGB 3230-60	黄色氧化铅	54
HGB 3231-60	硫酸铅	58
HGB 3232-60	氯化镍	60
HGB 3233-60	硫酸镍	65
HGB 3234-60	硝酸镍	70
HGB 3235-60	氯化汞	74
HGB 3236-60	碘化汞	77
HGB 3237-60	溴化汞	79
HGB 3238-60	汞	82
HGB 3239-60	黄色氧化汞	84
HGB 3240-60	氯化亚汞	87
HGB 3241-60	锡(粒状)	90
HGB 3242-60	锡(棒状)	95
HGB 3243-60	无水四氯化锡	100
HGB 3244-60	结晶四氯化锡	103
HGB 3246-60	五氧化二砷	106

HGB 3282-60	三氧化鉬	110
HGB 3248-60	五氯化磷	113
HGB 3249-60	三氯化磷	115
HGB 3250-60	氯化氧磷	118
HGB 3251-60	二氧化鈦	121
HGB 3252-60	四氯化鈦	126
HGB 3253-60	碳酸錳	129
HGB 3254-60	氯化錳	133
HGB 3255-60	二氧化錳	137
HGB 3256-60	硝酸錳	141
HGB 3257-60	金屬矽	145
HGB 3258-60	亞碲酸	148
HGB 3259-60	二氧化碲	151
HGB 3260-60	硝酸鉍	154
HGB 3261-60	氯化鉍	157
HGB 3262-60	三氧化二鉻	162
HGB 3263-60	三氧化鉻(鉻酸酐)	165
HGB 3264-60	氯化鉻	168
HGB 3265-60	硫酸鉻	171
HGB 3266-60	硝酸鉻	175
HGB 3267-60	硝酸鉍	179
HGB 3268-60	氯化鉍	183
HGB 3269-60	次硝酸鉍	186
HGB 3270-60	氧化鉍	189
HGB 3271-60	无水硼砂	193
HGB 3272-60	硼酸	195
HGB 3273-60	硼酐(三氧化二硼)	200
HGB 3274-60	硫酸鐵	202
HGB 3275-60	三氧化二鐵	206
HGB 3276-60	硝酸鐵	210
HGB 3277-60	硝酸鈷	213
HGB 3245-60	氯化鋇	216
HGB 3278-60	碳酸鋇	220
HGB 3279-60	硫酸鋇	224
HGB 3280-60	硝酸鎂	227
HCB 3281-60	鉍酸銀	231
HGB 3283-60	德瓦达合金	235

中華人民共和國 化學工業部	部 頒 暫 行 標 准 BUBAN ZANXING BIAOZHUN	HGB 3212-60
	化 學 試 劑 磷 酸 二 氫 鈣	第 31 組

分子式： $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

分子量：252.08

本品為無色薄片或白色帶黃的粉末，在空氣中易潮解，當溶于大量水中時呈酸性反應，而當溶于少量水中或熱水時，則分解出無定形的磷酸氫鈣。

### 一、質 量 標 准

1.  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 之含量不少於

二級..... 92.0%

三級..... 90.0%

2. 雜質最高含量以%計

雜 質 名 稱	二 級	三 級
(1) 鹽酸不溶物	0.015	0.03
(2) 氯化物(Cl)	0.005	0.01
(3) 硫酸鹽( $\text{SO}_4$ )	0.020	0.05
(4) 鎂(Mg)	0.05	0.05
(5) 重金屬(Pb)	0.002	0.002
(6) 砷(As)	0.0005	0.002
(7) 酸度( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )	7.8	9.8
(8) 硝酸鹽( $\text{NO}_3$ )	符合第(8)條試驗	—
(9) 氨( $\text{NH}_3$ )	0.010	—
(10) 鐵( $\text{Fe}$ )	0.010	—

### 二、取 樣

按HGB 3001—59 號之規定取樣 200g。

### 三、測 定 方 法

測定中所須試劑及溶液見 HGB 3001—59 號之規定。

上海市化工局提出

1960 年 8 月 16 日批准試行

HGB 3212-60

化学试剂 磷酸二氢钙

1.  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  含量之测定：称约 0.3g 样品放在磨砂口已知重量的称量瓶中，称准至 0.0002g，加 5 ml 盐酸（比重 1.12）后，全部移入 500ml 烧杯内，将称量瓶内之剩余物，仔细用水洗入烧杯，加水至总容积约 100ml，加 2—3 滴甲基红溶液，加热至沸，小心加 10% 氨水至呈中性，再逐滴加入盐酸（比重 1.12）至呈酸性反应，然后边搅拌边加入 20ml 10% 草酸铵的饱和溶液和逐滴加入 10% 氨水至呈碱性反应，然后又加入 25ml 草酸铵饱和溶液，小心地煮沸 1—2 分钟，置沸水浴上加热 1 小时，冷却用无灰滤纸过滤，用冷的 2g 草酸铵和 1g 草酸溶于 1l 水的溶液洗沉淀，将湿的沉淀及滤纸放入瓷坩埚内，烘干，并灼烧至沉淀成白色，冷却，将残渣仔细移入 500ml 烧杯，用水将坩埚内剩余物移入烧杯，用 20ml 盐酸（比重 1.12）溶解，加 100ml 水稀释，加 0.5ml 1% 氯化铁溶液，加热至 70—80°C，在不断搅拌情况下加入 10% 氨水至有氨气味存留，趁热用无灰滤纸滤入 500ml 烧杯内，用热的 20ml 10% 氨水和 10g 氯化铵溶于 1l 水中的溶液洗涤烧杯及残渣，滤液加盐酸（比重 1.12）酸化，加热至沸，加 70ml 热的草酸铵溶液再加热至沸，加 2—3 滴甲基红边搅拌边逐滴加水 10% 氨水至溶液颜色转为黄色，静置 2 小时，用直径 7cm 的紧密无灰滤纸，过滤，先用 2.5% 氨水洗滌，再用冷水洗滌，不呈氯离子的反应时为止（用硝酸银试之），连滤纸的漏斗插入 250ml 三角烧瓶内用尖的玻璃棒刺穿滤纸，用 26ml 热的硫酸（比重 1.11）将残渣洗入烧瓶，用 125ml 热水洗滤器，加 10ml 硫酸（1:1）加热至 70~80°C，缓慢地用 0.1 N 高锰酸钾标准液滴定至出现不褪的红色。

$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  之含量% (X) 按下式计算

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 0.12604}{G} \times 100 = \frac{12.604 \cdot C \cdot V}{G}$$

式中：

V —— 高锰酸钾标准液之用量，以毫升计

C —— 高锰酸钾标准液之当量浓度 (N)

G —— 样品之克数

0.12604 —— 每毫克当量磷酸二氢钙之克数

2. 杂质之测定：样品须称准至 0.01g。

## 化学试剂 磷酸二氢钙

HGB 3212-60

(1) 盐酸不溶物——称10g样品，置于200—250ml烧杯内，加15ml盐酸（比重1.12）及85ml水，盖以表面玻璃，在沸水浴上加热一小时，用4号已恒重的玻璃或瓷滤坩过滤，滤渣用热水洗至无氯离子反应（以硝酸银试之）再于100—105°C烘至恒重，滤渣重量不得大于：

二級.....	1.5mg
三級.....	3.0mg

(2) 氯化物——称0.5g样品，置于50ml比色管中，加2ml硝酸（比重1.15），25ml水，必要时用热水洗净之滤纸过滤，加1ml 0.1 N硝酸银溶液，混匀，10分钟后，所呈乳色不得深于标准。

标准是将下列数量的Cl

二級.....	0.025mg
三級.....	0.05 mg

与样品同时同样处理。

(3) 硫酸盐——称0.1g样品，置于50ml比色管中，溶于1ml盐酸（3M）中，加25ml水，必要时，以热水洗净的滤纸过滤，滤液在30—35°C保温10分钟，加3ml 25%氯化钡溶液，静置半小时，所呈混浊不得深于标准。

标准是将下列数量的SO<sub>4</sub>

二級.....	0.02mg
三級.....	0.05mg

与样品同时同样处理。

(4) 镁——称2g样品，加50ml水搅拌溶解后，加5g氯化铵，加热至沸，加40ml 4%草酸铵溶液，加水稀释至100ml，煮沸1—2分钟静置4小时后，滤出50ml，倒入100ml三角烧瓶内，加20ml 10%氨水放置12—18小时后，溶液中之沉淀不得多于标准。标准与样品同体积中含有2.5g氯化铵，20ml 4%草酸铵溶液，50ml不含镁的磷酸二氢钾，0.5mg Mg和20ml 10%氨水，放置同样时间。

注：不含Mg<sup>++</sup>的磷酸二氢钾制备：称2g试剂放入300ml三角烧瓶，加10g氯化铵，80ml水，搅拌至全部溶解，加80ml 4%草酸铵溶液，搅匀之，边搅拌边慢慢加入40ml 10%氨水，静置24小时后，用紧密的无灰滤纸过滤，取50ml滤液用作标准。

(5) 重金属——称2g样品，置于100ml三角烧瓶内，加3ml盐

HGB 3212-60

化学试剂 磷酸二氢钙

酸 (比重 1.12) 20ml 水, 加热溶解, 必要时, 过滤之, 冷却, 加 3g 醋酸钠和 10ml 新制备的硫化氢水。

10 分钟后, 其暗色不得深于标准。标准系在同容积内含有 2ml 盐酸 (比重 1.12), 0.04mg Pb, 3g 醋酸钠及 10ml 新制备的硫化氢水。

注: 硫化氢水必须同时分别加入两管内。

(6) 砷——称 0.5g 样品, 置于定伸器内 (见 HGB 3001-59 号之规定) 加 30ml 稀硫酸 (1:4), 和 20ml 水, 3 滴 1% 硫酸铜溶液及 5g 金属锌, 立即塞住瓶口, 置于暗处 2 小时, 溴化汞纸条所呈之色不得深于标准。

标准是将下列数量的 As

二級.....	0.0025mg
三級.....	0.01mg

与样品同体积内同时同样处理。

(7) 酸含量之测定 ( $H_3PO_4$ )——称 1g 样品, 放于 250ml 三角烧瓶内, 自滴定管加入 5 ml 0.5N 盐酸标准液, 混匀, 加 150ml 水, 再混匀之, 加 3—5 滴甲基橙指示液后, 用 0.5 N 氢氧化钠标准液滴定至变色。

酸含量% ( $X_1$ ) 按下式计算

$$X_1 = \frac{(C_1 \cdot V_1 - 5 \cdot C) \cdot 0.098}{G} \times 100$$

式中:

$V_1$ ——氢氧化钠标准液之用量以毫升计

$C_1$ ——氢氧化钠标准液之当量浓度 (N)

C——盐酸标准液之当量浓度 (N)

G——样品之克数

0.098——相当于 1 ml 1 N 氢氧化钠标准液之磷酸之克数。

(8) 硝酸盐——称 0.5g 样品, 用 5 ml 水湿润, 滴加盐酸至完全溶解, 加水稀释至 10ml, 加 0.1ml, 靛蓝二磺酸钠溶液, 然后加 10ml 硫酸, 所呈蓝色应维持五分钟。

(9) 氨——称 0.5g 样品, 用 1 ml 水湿润, 滴加盐酸至完全溶解, 用水稀释至 40ml, 加 20ml 10% 氢氧化钠溶液, 然后蒸出 40ml 至

## 化学试剂 磷酸二氢钙

HGB 3212-60

含有 5 ml 水及 1 滴盐酸（比重 1.12）容量为 100ml 的量筒中，加水至 100ml，混匀，取 40ml，加 2 ml 10% 氢氧化钠溶液及 2 ml 纳氏试剂，所呈颜色不得深于标准，标准是将同样处理空白液 40ml，加入 0.02mg,  $\text{NH}_3$ ，与样品同时同样处理。

(10) 铁——称 1 g 样品，加 25ml 水，滴加盐酸至完全溶解，冷却，加水至 100ml，取 10ml 溶液，冲稀至 15ml 加 1 ml 盐酸，加约 30mg 过硫酸铵，1.5ml 25% 硫氰酸铵溶液及 5 ml 异戊醇，摇匀，醇层所呈红色不得深于标准。标准是与样品同体积中含有 0.01mg Fe，1 ml 盐酸以及其他同量试剂。

## 四、包装及标志

須符合 HGB 3001—59 号之規定，采用第 9 种包装形式及第 2 类包装单位。并标志“密封”字样。

中华人民共和国 化学工业部	部 頒 暫 行 标 准 BUBAN ZANXINC BIAOZHUN	HGB 3213-60
	化 学 試 剂 碱 石 灰	第 31 组

碱石灰为氢氧化钠及氢氧化钙的混合物近乎白色的多孔小块，加入达旦黄指示剂，则为粉红色

### 一、质量 标准

1. 硬度 符合测定方法第 1 条之規定
2. 水份 15%
3. 二氧化碳吸收率不少于 25%

### 二、取 样

按 HGB 3001-59 号之規定取样，取样量不少于 2500g

### 三、测 定 方 法

测定中所需试剂及溶液見 HGB 3001-59 号的規定

#### 1. 硬度的测定

先将样品用 7.94mm(5/16吋)鉄絲篩子篩过，然后用 6 号鉄絲篩再篩之，称取篩中样品 500g 称准至 0.01g 放入直径为 100mm，高为 12.50mm 带盖的鉄筒里，将盖用力盖紧，在板长为 250mm，板与地面的夹角为 30°，且板的下端离地面为 2.50mm 的板上端滚动 20 次，再用 8 号鉄絲篩篩桶內的样品，通过篩孔的样品不得大于 25g，則認為合格。

注：①防止鉄筒震动过猛，最好在鉄筒落点处放一块木板，鉄筒落板后用手按住

② 6 号篩孔为 2.812mm

③ 8 号篩孔为 2.057mm

④ 包装前样品应通过 6 号篩孔

2. 水份——称取 2g 样品，称准至 0.0002g，放于已知重量之称量瓶中，于 100°C 烘至恒重，失重不能超过 15%

$$\text{水份百分数} = \frac{G_1}{G} \times 100$$

G —— 样品重

$G_1$  —— 样品干燥后失重

### 3. 二氧化碳吸收率

将干燥 U 形管的一端加入无水氯化钙后称量之，称准至 0.01g 于另一端加入约 10g 样品，再称量之，称准至 0.01g，于样品一端缓慢地通入经过硫酸干燥过的二氧化碳气流，至 U 形管恒重为止，增加量不少于 25% 则为合格。

注：① 在 U 形管盛氯化钙的一端应与另一个装有氯化钙的干燥管相连接

② 样品如加入达且黄为指示剂时，则样品由粉红色变为黄色时可停止通入  $CO_2$ 。

## 四、包装及标志

須符合 HGB 3001-59 号之規定，采用第 9 或 10 种包装形式及第 3 类包装单位。

中华人民共和国 化学工业部	部 頒 暫 行 标 准 BUBAN ZANXING BIAOZHUN	HGB 3214-60
	化 学 試 剂 酸 洗 石 棉	第 31 組

分子式：約为  $\text{CaMg}_3(\text{SiO}_4)_2$ 。  
本品为白色纖維或蓝色纖維。

### 一、质 量 标 准

指 标 名 称	二 級
1. 盐酸溶解物不大于	0.50%
2. 酸碱度	符合第 2 条試驗
3. 水溶解物不大于	0.20%

### 二、取 样

按 HGB 3001-59 号之規定取样 25g。

### 三、测 定 方 法

測定中所需試剂及溶液見 HGB 3001-59 号之規定。

1. 盐酸溶解物：称 3g 样品，称准至 0.01g，加 75ml 稀盐酸 (1:6)，煮沸后，冷却，加水至 75ml，过滤。取 50ml 滤液，置于已恒重之瓷皿中，加 5 滴硫酸，蒸干，灼烧至恒重。残渣重量不得大于 10mg。

2. 酸碱度：称 2g 样品，称准至 0.01g，加 50ml 不含二氧化碳的热水，在水浴上加热 15 分钟。加水至 60ml，过滤，滤液对石蕊試紙应呈中性反应 (保留溶液作第 3 条試驗)。

3. 水溶解物：取 30ml 第 2 条滤液，置于已恒重玻璃皿中，在水浴上蒸干，于 105°C 干燥 1 小时。残渣重量不得大于 2 mg。

### 四、包 装 及 标 志

須符合 HGB 3001-59 号之規定，采用第 7 或 9 种包装形式及第 1 或 2 类包装单位。

上海市化工局提出

1960 年 8 月 16 日批准試行

中华人民共和国 化学工业部	部 頒 暫 行 标 准 BUBAN ZANXING BIAOZHUN	HGB 3215-60
	化 学 試 剂 氯 化 銅	第 31 組

分子式:  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

分子量: 170.49

本品为淡蓝綠色結晶, 溶于水。

### 一、质量 标准

1.  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  含量不少于

二級.....	99.0%
三級.....	99.0%

2. 杂质最高含量以%計

杂 質 名 称	二 級	三 級
(1) 水不溶物	0.01	0.02
(2) 硫酸盐( $\text{SO}_4$ )	0.005	0.02
(3) 鉄( $\text{Fe}$ )	0.003	0.005
(4) 砷( $\text{As}$ )	0.0005	0.002
(5) 碱金属与碱土金属等	0.05	0.2
(6) 硝酸盐( $\text{NO}_3$ )	0.02	—

### 二、取 样

按 HGB 3001—59 号之規定取样 500g。

### 三、測 定 方 法

測定中所需試剂及溶液見 HGB 3001—59 号之規定

1.  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  含量測定: 称約 0.5g 样品, 称准至 0.0002g 置于具塞錐形瓶內, 溶于 5ml 水中, 加 5 ml 硫酸 (比重 1.11) 及 2g 不含碘酸盐的碘化鉀立刻塞紧, 搖勻后用 0.1 N 硫代硫酸鈉标准液滴定之, 将近終点时加 2g 硫氰酸鉀及淀粉指示液。

$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  含量% (X) 按下式計算

上海市化工局提出

1960 年 8 月 16 日批准試行

HGB 3215-60

化学試剂 氯化銅

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 0.17049}{G} \cdot 100 = \frac{17.049 \cdot C \cdot V}{G}$$

式中：

C——硫代硫酸鈉标准液之当量浓度 (N)

V——硫代硫酸鈉标准液之用量以毫升計

G——样品之克数

0.17049——每毫克当量氯化銅之克数。

## 2. 杂质測定：样品須称准至 0.01g

(1) 水不溶物——称 50g 样品，置于烧杯中。加热溶于 150ml 水中。加 1 ml 盐酸 (比重 1.12)，盖以表面玻璃，置沸水浴上加热 1 小时，用 4 号已恒重玻璃或瓷滤坩过滤，以水洗淨，在 105—110°C 烘至恒重，滤渣重量不得大于

二級..... 5.0mg

三級..... 10.0mg

(2) 硫酸盐——称 10g 样品，溶于 100ml 水中。溶液过滤，滤液以 1 ml 盐酸 (比重 1.12) 酸化，加热至沸，加 5 ml 10% 氯化鋇溶液搖勻靜置过夜。沉淀用 4 号已恒重玻璃坩过滤，然后用水洗至无氯离子反应，在 140—150°C 烘至恒重，沉淀重量不得大于

二級..... 1.2mg

三級..... 4.8mg

(3) 鉄——称 5g 样品，溶于 30ml 水中，加 1 ml 硝酸 (比重 1.15)，加热至沸，然后加入 10g 氯化鋇，再加热至沸，加 10% 氨水至沉淀溶解为止，置水浴上加热 1 小时，用无灰滤紙过滤，用 100ml 水中含有 5g 氯化鋇及 25ml 25% 氨水的液体洗滌沉淀至滤紙上的蓝色消失，然后洗至无氯离子反应，以 12ml 硫酸 (比重 1.11) 溶解沉淀，以水洗淨，收集滤液和洗液至 100ml 容量瓶中，加水至刻度混勻。

取 10ml 溶液，用 10% 氨水中和，冲稀至 15ml，加 1 ml 10% 磷酸水楊酸溶液，混勻，加 1 ml 25% 氨水再混勻，所呈顏色不得深于标准。

标准是将下列数量的 Fe

二級..... 0.015mg

三級..... 0.025mg

## 化学试剂 氯化铜

HGB 3215-60

与样品同体积内加 1 ml 10% 磷酸水楊酸混匀加 1 ml 25% 氨水，再混匀。

(4) 砷——称 1 g 样品，溶于 40 ml 水中，加 1 ml 硝酸（比重 1.15），加热至沸 1—2 分钟，在热溶液中加入 1 ml 1% 鉄铵矾的水溶液，在搅拌下加氨水至铜盐沉淀全溶为止。加 2 ml 过量氨水加热至沸，保持 20—30 分钟（用水浴）用 3 号玻璃漏斗过滤，将烧杯及漏斗上残渣用水冲洗 5—6 次，水中加数毫升氨水，将滤液和洗液仍采用 2 ml 热盐酸（1:1）冲洗烧杯之后，吸入干試管每次用 1.5 ml 盐酸（1:1），冲洗两次，加 2 ml 1% 硫酸鈉（1:1）盐酸溶液及 5 ml 25% 次亚磷酸鈉（1:1）盐酸溶液，摇匀，置于沸水浴上加温 30 分钟，冷却，比色，不能深于标准，标准是将下列数量的 As

二級.....	0.005mg
三級.....	0.02 mg

与同体积内含 1 ml 鉄铵矾，2 ml 硫酸鈉，5 ml 次亚磷酸鈉与样品同时加热。

(3) 碱金属及碱土金属——称 5 g 样品，溶于 195 ml 水中。加 5 ml 硫酸酸化，加热至 70—80°C，通入硫化氢使铜完全沉淀，静置 2—3 小时，用密致滤紙过滤，在过滤时间內要将液体充满滤紙，滤出 100 ml 滤液在水浴上蒸干，再在沙浴蒸至硫酸烟冒淨，以 2—3 ml 水处理 3 次，每次均需蒸干，然后将残渣溶于热水，再过滤入已恒重瓷皿中，蒸干灼烧至恒重，残渣重量不得大于

二級.....	1.2mg
三級.....	5.0mg

(4) 硝酸盐——称 1 g 样品，溶于 10 ml 水中，在搅拌下加入 10 ml 10% 氢氧化鈉溶液，并在沸水浴上加热 15 分钟，冷却，稀释至 20 ml，过滤，取 5 ml 滤液，加 0.05 ml 靛蓝二磷酸鈉溶液及 5 ml 硫酸，所呈蓝色在 5 分钟內不得消失。

## 四、包装及标志

須符合 HGB 3001—59 号之規定采用第 9 种包装形式及第 2 类包装单位。

中华人民共和国	部 頒 暫 行 標 准 BUBAN ZANXING BIAOZHUN	HGB 3216-60
	化 学 試 剂 溴 化 亚 銅	第 31 組

分子式:  $\text{Cu}_2\text{Br}_2$

分子量: 286.91

本品为白色粉末, 暴露在空气中变成綠色, 微溶于水。

### 一、质 量 标 准

1.  $\text{Cu}_2\text{Br}_2$  含量不少于

二級.....99.0%

三級.....99.0%

2. 杂质最高含量以%計

杂 質 名 称	二 級	三 級
(1) 盐酸不溶物	0.01	0.05
(2) 鉄( $\text{Fe}$ )	0.003	0.02
(3) 砷( $\text{As}$ )	0.001	0.001
(4) 碱及碱土金属	0.1	0.3

### 二、取 样

按 HGB 3001-59 号之規定取样, 取样量不少于 140g

### 三、测 定 方 法

測定中所需试剂及溶液見 HGB 3001-59 号之規定

1.  $\text{Cu}_2\text{Br}_2$  含量測定: 称 0.5g 样品, 称准至 0.0002g, 溶于 25ml 含有 2.5g 鉄鈹矾的冷盐酸 (1:1) 中, 加 8 ml 硫酸錳混合剂, 稀釋至 200ml, 用 0.1 N 高錳酸鉀标准溶液滴定至終点。

$\text{Cu}_2\text{Br}_2$  含量百分数(X)按下式計算:

$$X = \frac{V \cdot C \cdot 0.14346}{G} \times 100$$

式中: V——高錳酸鉀标准溶液之用量 (以毫升計)

北京市化工局提出

1960 年 8 月 16 日批准試行

## 化学试剂 溴化亚铜

HGB 3216-60

G——高錳酸鉀标准溶液之当量浓度 ( $N$ )

G——样品克数

0.14346——每毫克当量  $\text{Cu}_2\text{Br}_2$  之克数

注：硫酸錳混合试剂配制方法：

称取67g硫酸錳称准至0.01g，溶于500ml水中，加入138ml磷酸(比重1.7)，130ml硫酸(比重1.84)，用水冲稀至1000ml。

2. 杂质测定：样品須称准至 0.01g。

(1) 盐酸不溶物——称25g样品，加热溶于100ml 盐酸及 50ml 水的混合液中，加10ml硝酸，加热煮沸 3—5 分钟后，加 50ml 水，于水浴上加热 1 小时，过滤，用水洗滌滤渣，滤渣于 105—110°C 烘干至恒重，滤渣重不得大于

二級..... 2.5mg

三級..... 12.5mg

注：将滤液及洗液移入250ml量瓶中，加水稀释至刻度——“溶液 1”作测 As 用

(2) 鉄——称0.5g 样品，溶于 20ml 水中，加热至沸，小心加入 3 ml，4  $N$  硝酸将溶液加热至沸，于沸液中加入 20ml 水及 3g 氯化鉍，再加热至沸，加 10% 氨水至沉淀溶解为止，在水浴上加热 1 小时，过滤，用 100ml 含有 5g 氯化鉍及 5 ml 25% 氨水的溶液，洗滌滤渣至蓝色消失时，再用热水洗滌至无氯根反应为止，然后用 3ml 硫酸(比重1.11) 溶解沉淀收集比色管中，再用 20ml 水洗滌之，于所得酸渣及洗滌液中，加 2 ml 10% 磺酸水楊酸溶液、搖勻，加 10% 氨水使呈中性并多加 5 ml，搖勻，試液所呈現之顏色不得深于标准。

标准是将 5 ml 硫酸(比重1.11) 及下列数量 Fe

二級..... 0.05mg

三級..... 0.1mg

与溶解沉淀后所得样品溶液同时同样处理。

(3) 砷：称取 1g 样品，溶于 40ml 水中，加 2 ml 硝酸(1.15)，加热煮沸 1~2 分钟，乘热加入 1 ml 1% 鉄鉍矾溶液，在搅拌下加入氨水生成的碱性鈉盐沉淀完全溶解为止，再加 2 ml 过量氨水，于水浴上加热煮沸并保持 2) — 30 分钟，用 3 号玻璃滤堦过滤，用含有氨的水洗滌至蓝色消失，沉淀用 3 ml 热盐酸溶解，抽滤并收集于干

HGB 3216-60

化学试剂 溴化亚铜

試管中，加 2 ml 1% 硫酸鈉溶液 (1:1 盐酸溶液)，5 ml 25% 次亞磷酸鈉溶液 (1:1 盐酸溶液) (当天配制)，搖勻后，加热至沸并保持 30 分鐘，冷却后所呈顏色不得深于标准。

标准是将 0.01mg As, 1 ml 1% 鉄銻矾溶液，3 ml 盐酸，2 ml 10% 硫酸鈉溶液，5 ml 25% 次亞磷酸鈉溶液，与样品同时同样处理。

注：

(1) 制备被测溶液及标准液时 HCl 的浓度应为 1:1，因此加入含 As 的水溶液，鉄銻矾溶液时，必須加 1.19 (比重) 盐酸才能使盐酸的浓度成 1:1。

(2) 为了均衡体积亦应加 1:1 HCl。

(4) 碱及碱土金属——取 50ml “溶液 I” (見第 (1) 条注)，加 2.5ml 硫酸、于水浴上蒸干，再于砂浴上加热至硫酸气冒出为止，加 200ml 水溶解残渣，加 5 ml 硫酸 (比重 1.11) 使溶液呈酸性，然后加热至 70—80°C，通入硫化氢至沉淀完全，2—3 小时后，过滤，取 100ml 滤液先在水浴上蒸干，然后移置电炉上灼烧，至硫酸气全部排除为止，用 2—3 ml 水洗涤三次，每次均蒸干、加 20ml 热水，提取可溶物，将溶液过滤置已称重之蒸发皿中，先于水浴上蒸发，然后移入高温炉中 (800°C) 灼烧至恒重，残渣重不得大于，

二級.....2.5mg

三級.....7.5mg

#### 四、包装及标志

須符合第 HGB3001—59 号之規定，采用第 9 种包装形式及第 2 类包装单位。