

国 定 全 苏 标 准

无 机 試 剂

第 一 册

(内部資料・注意保密)

化学工业出版社

無 机 試 剂 标 准

第 一 册

鉀 酸 鉻 — 鉍 酸 鉍

國 家 標 准 出 版 局

. 1949

絃生

戴寅

王魏

光群蕃
葛

复伯庆
文

刘刘陈
馮

鵬文驊
柏章

大承松
文

张孙陈
屈吳

翻譯：
审校：
終校

目 录

	頁次
ГОСТ 3757—47 硝酸鋁.....	3
ГОСТ 3758—47 硫酸鋁.....	6
ГОСТ 3759—47 氯化鋁.....	9
ГОСТ 3760—47 氨水.....	13
ГОСТ 3761—47 硝酸鉍.....	17
ГОСТ 4454—48 溴化鉍.....	23
ГОСТ 3762—47 碳酸氢鉍.....	28
ГОСТ 3763—47 重鉻酸鉍.....	32
ГОСТ 3764—47 碘化鉍.....	36
ГОСТ 3765—47 鉍酸鉍.....	39
ГОСТ 3766—47 过硫酸鉍.....	43
ГОСТ 3767—47 一硫化鉍.....	47
ГОСТ 3768—47 硫代氰酸鉍.....	49
ГОСТ 3769—47 硫酸鉍.....	53
ГОСТ 3770—47 碳酸鉍.....	58
ГОСТ 3771—47 一代磷酸鉍.....	62
ГОСТ 3772—47 二代磷酸鉍.....	67
ГОСТ 4518—48 氟化鉍.....	72
ГОСТ 3773—47 氯化鉍.....	77
ГОСТ 3774—47 鉻酸鉍.....	83
ГОСТ 3775—47 五氧化二碘(碘酸酐).....	87
ГОСТ 3776—47 三氧化鉻(鉻酸酐).....	90
ГОСТ 3777—47 硝酸鉍.....	93
ГОСТ 4107—48 氢氧化鉍.....	97
ГОСТ 3158—46 硫酸鉍.....	101
ГОСТ 4158—48 碳酸鉍.....	106
ГОСТ 4108—48 氯化鉍.....	111
ГОСТ 4211—48 鉻酸鉍.....	115
ГОСТ 4109—48 溴.....	118
ГОСТ 4110—48 硝酸鉍.....	121
ГОСТ 4208—48 硫酸亚鉄鉍(摩氏盐).....	124
ГОСТ 4216—48 二氧化鉛.....	128
ГОСТ 4111—48 硝酸鉄.....	133
ГОСТ 4150—48 氢氧化鉄.....	137
ГОСТ 4149—48 二氯化鉄.....	141

ГОСТ 4148—48	硫酸亚铁	145
ГОСТ 4147—48	三氯化铁	149
ГОСТ 4455—48	苏打石灰	154
ГОСТ 4159—48	金属碘	156
ГОСТ 4456—48	硫酸镉	158
ГОСТ 4330—48	氯化镉	164
ГОСТ 4330—50	氯化镉	171
ГОСТ 4203—48	氢氧化钾(苛性钾)	176
ГОСТ 4144—48	亚硝酸钾	182
ГОСТ 4217—48	硝酸钾	186
ГОСТ 4160—48	溴化钾	191
ГОСТ 4457—48	溴酸钾	199
ГОСТ 4143—48	重碳酸钾	204
ГОСТ 4220—48	重铬酸钾	210
ГОСТ 4207—48	亚铁氰化钾	214
ГОСТ 4206—48	铁氰化钾	217
ГОСТ 4232—48	碘化钾	220
ГОСТ 4202—48	碘酸钾	226
ГОСТ 4458—48	酸性焦磷酸钾	231
ГОСТ 4223—48	酸性硫酸钾	233
ГОСТ 4527—48	高锰酸钾	237
ГОСТ 4146—48	高硫酸钾	241
ГОСТ 4582—49	硫酸钾钠	245
ГОСТ 4332—48	无水碳酸钾钠	250
ГОСТ 4139—48	硫氰化钾	255
ГОСТ 4145—48	硫酸钾	259
ГОСТ 4221—48	碳酸钾(钾碱)	264
ГОСТ 2493—44	三水合磷酸氢钾	270
ГОСТ 4198—44	磷酸二氢钾	275
ГОСТ 4522—48	氟化钾	280
ГОСТ 4234—48	氯化钾	284
ГОСТ 4235—48	氯酸钾	290
ГОСТ 4459—48	铬酸钾	296

蘇聯部長會議 全蘇標準委員會	國 定 全 蘇 標 准	ГОСТ 3757—47
	試 劑	代 替
	硝 酸 鋁	ГОСТ НКТП 7848/752 Л 5 1 組

硝酸鋁為無色晶體，溶于水。

分子式： $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量：（根據1947年國際原子量）—375,14。

Ⅰ. 技 術 條 件

1. 容許雜質最大含量，以%計：

雜 質 名 稱	“分 析 純”	“純”
(1) 酸不溶物	0.01	0.02
(2) 氯化物(Cl)	0.002	0.005
(3) 硫酸鹽(SO_4)	0.01	0.03
(4) 硫化氫組重金屬(Pb)	0.0005	0.001
(5) 鐵(Fe)	0.002	0.005
(6) 砷金屬及砷土金屬(硫酸鹽)	0.2	0.5

Ⅱ. 取 樣

2. 取樣 ГОСТ 3885—47 進行之。

所取樣品總重不得少於0.5 kg。

Ⅲ. 測 定 方 法

3. 酸不溶物含量的測定。

一) 需用試劑：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

蒸餾水。

二) 測定手續

取樣品50g稱准至0.01g，溶于150ml水中。加1ml硝酸（比重1.15）使溶液酸化，蓋以表玻璃，置于水浴上加熱一小時，然後以玻璃濾堝或瓷濾堝過濾。取100ml熱水沖洗濾器上的濾渣，于105—110°C在干燥櫥中烘至恒重。

如濾渣的重量不大於下列數量，則認為樣品符合標準：

“分析純”樣品………5mg

“純”樣品………10mg

4. 氯化物含量的測定(Cl)

一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15，“化學純”。

蘇聯化學工業部提出	全蘇標準委員會批准	實 施 日 期
	1947年7月7日	1949年6月1日

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N溶液。

含有 Cl^- 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品2g称准至0.01g溶于40ml水中。用热水小心冲洗过的滤器过滤, 加2ml硝酸及1ml硝酸銀溶液。

若試液呈现之乳色, 經10分 鐘后, 不深于标准溶液所呈现之乳色, 則認為样品符合标准。标准溶液为与試液同体积内含硝酸2ml, 硝酸銀1ml及下列 Cl^- 量:

“分析純”样品……………0.04mg Cl^-

“純”样品……………0.1 mg Cl^-

注: 硝酸銀溶液应同时加入受試溶液及标准溶液中。

5. 硫酸盐含量的測定(SO_4)

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.19及1.12。

工业合成的甲醛水, ГОСТ 1625—45, 30%溶液。

氯化鋁, ГОСТ 4108—48, 10%溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品10g称准至0.01g, 置于250ml 錐形烧瓶內, 加热溶于40ml水中。在此热溶液中加入10ml不含 SO_4^{2-} 的盐酸(比重1.19), 及10ml甲醛水溶液, 此甲醛水溶液亦 驗定 过不含有 SO_4^{2-} 。当剧烈反应終止后, 移置溶液于瓷蒸发皿中, 放在水浴上蒸干。将残渣于105—110°C 干燥一小时, 然后溶于50ml水中, 加1ml盐酸(比重1.12)使之酸化, 用滤紙过滤并以50ml水冲洗之。将滤液煮沸, 加5ml氯化鋁溶液。經過18—24小时后。用瓷滤坩滤出所生成的沉淀, 以水冲洗至无 Cl^- 反应为止, 烘干并灼烧至恒重。

如滤渣重量不大于下列数量, 則样品認為符合标准:

“分析純”样品……………2.4mg

“純”样品……………7.2mg

6. 硫化氢組重金属含量的測定(pb)

一) 需用試剂及溶液:

醋酸鋁, ГОСТ 3117—46, 10%溶液。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

含 pb^{++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48制备。

硫化氢水, 按 ГОСТ 4517—48制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品2g称准至0.01g溶于35ml水中。过滤。滤液中加入5ml 醋酸鋁溶液, 小心搖振, 加0.5ml醋酸使溶液酸化再加10ml新鮮制备的硫化氢水。

若試液所显示的顏色, 經10分 鐘后, 不深于标准溶液所显示者, 則样品認為符合标准。

試 剂。 硝 酸 鋁

ГОСТ 3757—47

标准溶液为試液同容积內含有1ml 醋酸, 5ml 醋酸鋁溶液, 10ml 新鮮制备的硫化氫水, 及下列pb量:

“分析純”样品……………0.01mgpb

“純”样品……………0.02mgpb

7. 鉄含量的測定(Fe)

一) 需用試剂及溶液:

硫酸, ГОСТ 4204—48, 0.1N溶液。

水杨酸, OCT HKTH 2859, 冷的饱和溶液。

含 Fe^{+++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品 2g 称准至 0.01g 溶于 50ml 水中, 过滤, 将滤液移置于 100ml 量筒中(带磨砂盖), 加 0.5ml 硫酸溶液, 2ml 水杨酸溶液并小心搖振之。

若試液所显示的顏色不深于标准溶液所显示者, 則样品認為符合标准。标准溶液为与試液同体积內含 0.5ml 硫酸溶液, 2ml 水杨酸溶液及下列 Fe 量:

“分析純”样品……………0.04mgFe

“純”样品……………0.1 mgFe

8. 砷金属及砷土金属含量的測定(硫酸盐)

一) 需用試剂及溶液:

氨水, 不含碳酸(CO_2), 按 ГОСТ 4517—48制备, 10%溶液。

硫化鋁, 不含碳酸(CO_2), 按 ГОСТ 4517—48制备。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重 1.11。

甲基紅, OCT HKTH 2856, 0.2% 酒精溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品 2g, 称准至 0.01g 溶于 30ml 水中。溶液中加入 1—2 滴 甲基紅 溶液, 加热至 $66^\circ C$, 滴入不含 CO_2 的氨水至液体的顏色改变为止。冷却后, 加 0.5ml 不含 CO_2 的硫化鋁, 搖和之。加水至 200ml。靜置之, 使沉淀析出。然后, 用干滤器过滤。抛弃最先的 25ml 滤液, 用量筒收集以后的 100ml 滤液, 加 1ml 硫酸, 将溶液移置于瓷蒸发皿中, 在水浴上蒸干, 然后置于砂浴上小心灼烧至鋁盐排除为止。

用水 2—3ml 处理残渣三次, 每次加水后均蒸干。然后两次加 20ml 热水, 于残渣中过滤, 以已称重的蒸发皿收集滤液, 蒸干后在微紅热温度下灼烧至恒重。

如残渣重量不大于下列数量, 則样品認為符合标准:

“分析純”样品……………2mg

“純”样品……………5mg

IV. 包 装 及 标 志

9. 样品之包装及标志按照 ГОСТ 3885—47 进行。包装形式 1 或 6。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 3758—47
	試 剂	代 替
	硫 酸 鋁	OCT HKTP 7175/468 Л 5 1 組

硫酸鋁为无色晶体或白色粉末；溶于水。

分子式： $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量(根据1947年国际原子量)—666.43。

工. 技 术 条 件

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 不溶物质	0.02	0.05
(2) 氯化物(Cl)	0.002	0.01
(3) 銨盐(NH_4)	0.005	0.02
(4) 硫化氢組重金属(Pb)	0.001	0.002
(5) 鉄(Fe)	0.003	0.01
(6) 砷金属及砷土金属(硫酸盐)	0.25	0.5

1. 容許杂质最大含量，以%計：

II. 取 样

2. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。

所取样品总重量不得少于0.5kg。

III. 測 定 方 法

3. 不溶物质含量的測定

一) 需用试剂：

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品50g称准至0.01g，加热溶于200ml水中，加2ml硫酸使溶液酸化。将溶液置于沸腾的水浴上，加热一小时，用玻璃或瓷滤堦过滤。以热水冲洗滤器上的滤渣，于105—110°C烘干至恒重。

若滤渣重量不大于下列数量，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………10mg

“純”样品……………25mg

4. 氯化物含量的測定(Cl)

一) 需用试剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.15。

苏联化学工业部提出	全 苏 标 准 委 員 会 批 准	实 施 日 期
	1947年7月7日	1949年6月1日

試 劑。 硫 酸 鋁

ГОСТ 3758—47

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N 溶液。

含 Cl^- 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品 2g 称准至 0.01g, 溶于 40ml 水中, 用热水仔細冲洗过的滤器过滤, 于滤液中, 加 2ml 硝酸及 1ml 硝酸銀溶液。

若試液发生之乳色, 經十分鐘后, 不深于标准溶液所呈现者, 則样品認為符合标准。标准溶液为与試液同体积含相同数量之硝酸, 硝酸銀及下列 Cl^- 含量:

“分析純”样品 0.04mg Cl^-

“純”样品 0.20mg Cl^-

注: 硝酸銀溶液应同时加入受比較的各溶液中。

5. 銨盐含量的測定 (NH_4)

一) 需用試剂及溶液:

不含 NH_4^+ 的氢氧化鈉, 按 ГОСТ 4517—48 制备, 10% 溶液。

納氏試剂 (Реактив Несслера), 按 ГОСТ 4517—48 制备。

蒸餾水。

含 NH_4^+ 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制备。

二) 測定手續

称取样品 2g 称准至 0.01g, 溶于 20ml 水中, 靜置之。取 10ml 澄清液体, 置于 50ml 量筒 (带磨砂盖) 中, 加 5ml 左右氢氧化鈉溶液 (至所形成的沉淀溶解为止) 加水至 50ml, 再加 1ml 納氏試剂。

若試液所显示的顏色, 不深于标准溶液所显示者, 則样品認為符合标准。标准溶液为与試液同体积内含同数量的氢氧化鈉, 納氏試剂及下列 NH_4 含量:

“分析純”样品 0.05mg NH_4

“純”样品 0.2 mg NH_4

6. 硫化氢組重金属含量的測定 (pb)

一) 需用試剂及溶液:

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氢水, ГОСТ 4517—48, 新鮮制备的。

蒸餾水。

含 Pb^{++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制备。

二) 測定手續

称取样品 2g 称准至 0.01g, 溶于 40ml 水中, 过滤。于滤液中, 加 0.5ml 醋酸及 10ml 硫化氢水。

若試液所显示之顏色, 不深于标准溶液所显示者, 則認為样品符合标准, 标准溶液为与試液同体积内含同数量醋酸, 硫化氢水及下列 Pb 量:

“分析純”样品 0.02mg Pb

“純”样品 0.04mg Pb

7. 鉄含量的測定(Fe)

一) 需用試剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.4。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 4N溶液。

硫氰酸鉍, ГОСТ 3768—47, 4N溶液。

异戊醇, OCT HKTH 7670/662。

蒸餾水。

含 Fe^{+++} 溶液, 按 ГОСТ 4212—48制备。

二) 測定手續

称取样品2g称准至0.01g, 溶于50ml水中。加1ml硝酸, 煮沸。冷却后, 移置于100ml量瓶中, 并加水至刻度。取出10ml溶液于50ml量筒中(带磨砂盖), 加0.5ml硫酸溶液, 4ml硫氰酸鉍溶液, 15ml异戊醇, 加水至量筒刻度, 并小心搖振之。

若試液醇层所显示的顏色不深于标准溶液所显示者, 則样品認為符合标准。标准溶液为与試液同体积內含有同数量硫酸, 硝酸、硫氰酸鉍, 异戊醇及下列Fe量:

“分析純”样品……………0.006gmFe

“純”样品……………0.02 mgFe

注: 顏色深淺之比較, 須在搖动所有量筒內容物之后进行。

8. 硷金属及硷土金属含量的測定(硫酸盐)

一) 需用試剂及溶液:

甲基紅, OCT HKTH 2856, 0.2%酒精溶液。

氨水, 不含碳酸(CO_2), 按 ГОСТ 4517—48制备, 10%溶液。

硫化鉍, 不含碳酸(CO_2), 按 ГОСТ 4517—48制备。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品2g称准至0.01g, 溶于30ml水中, 加1—2滴甲基紅溶液, 加热至 $66^{\circ}C$, 滴入不含 CO_2 的氨水直至甲基紅变色为止, 使发生沉淀。

冷却后, 加0.5ml不含 CO_2 的硫化鉍, 搖振之, 加水200ml, 靜置之, 至沉淀完全析出为止。从澄清溶液中滤取100ml, 并将滤液置于水浴上, 蒸发至干, 将残渣放于烘箱中烘干, 并小心加热排除鉍盐。然后在微赤热下灼烧残渣, 加水处理残渣三次, 每次用水2—3ml, 并蒸干之。将干残渣溶于25ml热水中, 过滤, 收集滤液于已知重的蒸发皿中, 蒸发后, 残渣置于微紅热火焰下灼烧至恒重。

若残渣重量不大于数量。則認為样品符合标准:

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………5 mg

IV. 包 装 及 标 志

9. 样品之包装及标志按照 ГОСТ 3885—47进行。包装形式1或5。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 3759—47
	試 剂	代 替 ОСТ НКТП 7667/659
	氯 化 鋁	Л 5 1 組

氯化鋁为白色結晶体；有收湿性并溶于水。

分子式： $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

分子量(根据1947年国际原子量)—241,44。

И. 技 术 条 件

1. $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量不小于90%。
2. 容許杂质最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”	“純”
(1) 不溶物质	0.025	0.05
(2) 硫酸盐(SO_4)	0.01	0.03
(3) 銨盐(NH_4)	0.002	0.005
(4) 硫化氢組重金属(Pb)	0.001	0.002
(5) 鉄(Fe)	0.002	0.005
(6) 砒金属及砒土金属(硫酸盐)	0.2	0.5
(7) 矽酸(SiO_2)	0.05	0.2

II. 取 样

3. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。

III. 測 定 方 法

所取样品总重不得少于0.6kg。

4. $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量的測定

一) 需用試剂及溶液：

甲基紅，按 ОСТ НКТП 2856, 0.2% 酒精溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47, 10% 溶液。

盐酸，ГОСТ 3118—47, 比重1.12。

硝酸銨，ГОСТ 3761—47, 2% 溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取1g左右磨細成粉末的样品，称准至0.0002g，溶于30ml 水中。加甲基紅溶液1—2滴，加热至66°C，加氨水至甲基紅变色为止。滤出所生成的沉淀。用热盐酸溶解滤器上的滤渣，再在66°C的温度下，重新用氨水使之发生沉淀，然后搖振，煮沸，用同一滤器过滤。再用热硝酸銨溶液，冲洗滤器上的滤渣。(硝酸銨溶液預先加有氨水至甲基紅变色)。焚化帶有

苏联化学工业部提出	全苏标准委员会批准	实 施 日 期
	1947年7月7日	1949年6月1日

滤渣的滤紙，并将所剩的残渣灼烧至恒重。

$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量的百分数(X)按下式計算：

$$X = \frac{G \cdot 4.7368}{G_1} \cdot 100 = \frac{473.68 \cdot G_1}{G},$$

式中：

G——样品重量，以g計；

G_1 ——灼烧的残渣重量以g計；

4.7368——由氧化铝的重量，換算为 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 重量的系数。

5. 不溶物质含量的測定

一) 需用試剂：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品50g，称准至0.01g，溶于100ml水中。加2ml 盐酸使溶液酸化，盖以表玻璃，置于沸騰的水浴上加热一小时，再用玻璃或瓷滤堔过滤。用热水冲洗滤器上的滤渣至无 Cl^- 反应为止(用硝酸銀試驗)。105°—110°C烘干至恒重。

若烘干滤渣的重量不大于下列数值，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………12.5mg

“純”样品……………25mg

6. 硫酸盐含量的測定(SO_4)

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46，比重1.12。

氯化鋇，ГОСТ 4108—48，10%溶液。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品10g，称准至0.01g，溶于100ml水中。过滤，加1ml 盐酸使滤液酸化煮沸，加5ml 氯化鋇溶液，然后靜置之。经过18—24小时后，用瓷滤堔滤出所生成的沉淀，用热水冲洗至无 Cl^- 反应为止(用硝酸銀試驗)，烘干后灼烧至恒重。

若残渣重量不大于下列数值，則認為样品符合标准：

“分析純”样品……………2.5mg

“純”样品……………7.5mg

7. 銨盐含量的測定(NH_4)

一) 需用試剂及溶液：

氢氧化鈉，不含 NH_4^+ ，按ГОСТ 4517—48制备，10%溶液。

納氏試剂，按ГОСТ 4517—48制备。

蒸餾水。

含 NH_4^+ 溶液，按 ГОСТ 4212—48制备。

二) 測定手續

称取样品2g，称准至0.01g，溶于20ml水中。将此溶液静置之，取澄清溶液10ml倒入50ml的量筒(带磨砂盖)中加入约8ml氢氧化钠溶液(至所形成的沉淀溶解为止)，加水至50ml，再加1ml納氏试剂。

若試液所显示的顏色，不深于标准溶液，則認為样品符合标准。标准溶液为与試液同体积內含有同数量氢氧化钠溶液，納氏试剂及下列 NH_4 含量：

“分析純”样品……………0.02mg NH_4

“純”样品……………0.05mg NH_4

8. 硫化氢組重金属含量的測定(Pb)

一) 需用试剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

新制备的硫化氢水，按 ГОСТ 4517—48制备。

蒸餾水。

含 Pb^{++} 溶液，按 ГОСТ 4212—48制备。

二) 測定手續

称取样品2g，称准至0.1g，溶于40ml水中。过滤。加0.5ml醋酸及10ml硫化氢水至滤液中。

若試液所显示的顏色，經10分钟后，不深于标准溶液，則認為样品符合标准。标准溶液为与試液同体积內同数量醋酸，硫化氢水，及下列Pb量：

“分析純”样品……………0.02mgPb

“純”样品……………0.04mgPb

9. 鉄含量的測定(Fe)

一) 需用试剂及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.4。

硫酸，ГОСТ 4204—48，4N溶液。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，4N溶液。

异戊醇，OCT HKTP 7670/662。

蒸餾水。

含 Fe^{+++} 溶液，ГОСТ 4212—48制备。

二) 測定手續

称取样品0.5g 称准至0.01g，溶于20ml水中，加1ml硝酸(比重1.4)使溶液酸化。煮沸，冷却后，移置于50ml量筒(带磨砂盖)中，加0.5ml硫酸，4ml硫氰化鉍溶液，15ml异戊醇，加水至量筒之刻度，并小心搖振之。

若試液醇层所显示顏色不深于标准溶液，則認為样品符合标准。标准溶液为与試液同体积內含有同数量硫酸，硝酸，硫氰化鉍，异戊醇，及下列Fe量：

“分析純”样品……………0.01mgFe

“純”样品……………0.025mgFe

注：比較顏色的強度，須在搖動量筒內容物之後。

10. 礆金屬及礆土金屬含量的測定(硫酸鹽)

一) 需用試劑及溶液：

甲基紅，ГОСТ НКТП 2856，0.2%酒精溶液。

不含碳酸(CO_2)的氨水，按 ГОСТ 4517—48 制备。

不含碳酸(CO_2)的硫化銨，按 ГОСТ 4517—48 制备。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.11。

蒸餾水。

二) 測定手續

稱取樣品2ga，稱准至0.01ga溶于30ml水中。加甲基紅溶液1—2滴，加熱至 66°C ，滴入不含 CO_2 的氨溶液，至甲基紅變色為止，冷卻後加0.5ml不含 CO_2 的硫化銨溶液，搖和之。加水至200ml，靜置之，使沉淀析出，用干濾器過濾。棄去最初的25—30ml濾液，接取以後的100ml濾液，置于水浴上蒸干。將殘渣放入烘箱中略為烘干，小心加熱排除銨鹽，再于微赤熱火焰下灼燒之。用水處理殘渣三次，每次加水2—3ml，并均蒸發至干。然後，將殘渣溶于25ml水中，加熱至 90°C 過濾，收集濾液于已稱重的蒸發皿。加10—15滴硫酸至濾液中，順序在水浴及砂浴上加熱蒸干，再將殘渣置于微赤熱溫度下灼燒至恒重。

若灼燒後殘渣重量不大于下列數值，則認為樣品符合標準：

“分析純”樣品……………2mg

“純”樣品……………5mg

11. 矽酸含量的測定(SiO_2)

一) 需用試劑：

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

氟氫酸。

蒸餾水。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41。

二) 測定手續

稱取樣品5g于白金蒸發皿中，稱准至0.01g，溶于25ml水中。加10ml鹽酸，置于水浴上蒸干。再加5ml同樣的鹽酸至殘渣中，加20ml水，放在水浴上，蒸干之，然後將殘渣溶于25ml水中，用無灰濾紙過濾，以水小心沖洗濾器上的濾渣至無 Cl^- 反應為止(用硝酸銀試驗)在稱過的白金坩堝中焚化之，并灼燒至恒重。于灼燒後已稱重殘渣中，加2ml水，2—3滴硫酸2—3ml氟氫酸，然後在水浴上蒸干(在強烈通風下)并在砂浴上排除硫酸，再灼燒至恒重。

若殘渣重量和原來殘渣重量比較其損失不大于下列數值，則認為樣品符合標準：

“分析純”樣品……………2.5mg

“純”樣品……………10 mg

注：應檢驗氟氫酸中不發揮的沉物，并計入所得結果。

IV. 包裝及標志

12. 樣品之包裝及標志按照 ГОСТ 3885—47 進行。包裝形式1或5。

苏联部长會議 全苏标准委员会	国 定 全 苏 标 准	ГОСТ 3760—47
	試 剂 氨 水	代 替 ОСТ 17403—38
		Л 5 1 組

氨水为透明无色的液体，不含杂质的氨水具有特殊刺鼻之臭味。

分子式： NH_4OH 。

分子量：(根据1947年国际原子量)—35.05。

Ⅰ. 技 术 条 件

1. NH_3 的含量在25—27%之間。

2. 容許杂质最大含量，以%計：

杂 质 名 称	“分 析 純”
(1) 灼燒后的残渣	0.003
(2) 碳酸盐(CO_3)	0.002
(3) 氯化物(Cl)	0.0001
(4) 硫酸盐，亚硫酸盐，硫化物(SO_4)	0.0003
(5) 硫化氢組重金属(Pb)	0.0001
(6) 鉄(Fe)	0.00001
(7) 鈣(Ca)	0.0001
(8) 鎂(Mg)	0.0001
(9) 还原 KMnO_4 的物质	应符合于第13节的試驗

Ⅱ. 取 样

2. 取样按 ГОСТ 3885—47进行之。

所取样品的总量得少于0.8kg。

Ⅲ. 測 定 方 法

4. NH_3 含量的測定

一) 需用试剂及溶液：

硫酸，ГОСТ 4204—48，1N溶液，或

盐酸，ГОСТ 3118—46，1N溶液。

氢氧化鈉，ГОСТ 4328—43，1N溶液。

甲基紅，ОСТ НКТII 2856。

蒸餾水。

二) 測定手續

称容积约为3ml，带細长管头的玻璃安瓿，称准至0.0002g，在灯焰上加 热，并将其細长管头放入样品中，样品即进入安瓿中。

苏联化学工业部提出	全苏标准委员会批准 1947年7月7日	实 施 日 期 1949年6月1日
-----------	------------------------	----------------------

ГОСТ 3760-47

試 劑 氨

水

依此法取得1.5—2ml 样品之后, 将安瓿的細長头由样品中取出。用手握安瓿, 以手的热度排除留在細長头內的液体。再用滤紙將細直头擦干, 很快地封住裝有样品的安瓿, 并秤之, 秤准至0.0002g。

将秤过的安瓿, 放在盖有磨砂玻璃盖的玻璃瓶中, 該瓶中預先加40ml 硫酸或盐酸溶液。用盖將瓶盖紧。用力搖动, 直至安瓿及細長头破碎为止。

打开瓶盖, 用20—30ml 水冲洗瓶盖。将冲洗后的液体仍注入瓶內的溶液中, 用玻璃棒將未碎安瓿压碎, 再以氢氧化鈉溶液滴定瓶中之溶液。用甲基紅为指示剂。

氨(NH_3)含量的百分数(x)按下式計算:

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0.01703}{G - G_1} \cdot 100 = \frac{1.703 \cdot (V - V_1)}{G_1 - G}$$

式中:

V——注入瓶中的准确1N 盐酸或硫酸溶液的容积, 以ml計;

V_1 ——滴定时所消耗的准确1N 氢氧化鈉溶液的容积, 以ml計;

G_1 ——安瓿与样品的重量, 以g計算;

G——安瓿重量, 以g計算;

0.01703——相当于1ml 准确1N 酸液的氨的重量, 以g計。

5. 灼烧后残渣含量的測定

将50ml 样品, 放于白金蒸发皿中, 在水浴上小心蒸发至干。置残渣于赤热温度下灼烧5分钟, 放入干燥器冷却后秤之。

若残渣重量不大于1.4mg, 則样品符合标准。

6. 碳酸盐含量的測定(CO_3)

一) 需用试剂及溶液:

氢氧化鋇, ГОСТ 4107—48, 饱和溶液。

不含碳酸(CO_2)的蒸餾水, 按 ГОСТ 4517—48 制备。

含 CO_3^{2-} 的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制备。

二) 測定手續

加30ml 水及5ml 饱和的氢氧化鋇溶液于11ml 样品中。

若試液的渾浊度經三分鐘后, 不深于标准溶液, 則認為样品符合标准。标准溶液为与試液同体积內含有40ml 水, 5ml 氢氧化鋇及0.2mg CO_3 的溶液。

7. 氯化物含量的測定(Cl)

一) 需用试剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N 溶液。

蒸餾水。

含 Cl^- 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 制备。

二) 測定手續

用水10ml 稀释5.5ml 样品, 以不含氯化物的硝酸中和, 至石蕊試紙显酸性反应为止, 加水至40ml, 加1ml 硝酸及1ml 硝酸銀溶液。