

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

化 学 试 剂

基 准 试 剂 (容 量)

第 一 册

北 京

1 9 7 8

中华人民共和国

国家标准

GB 1253—77

氯化钠

本试剂为白色结晶粉末，溶于水，几乎不溶于乙醇。

分子式：NaCl

分子量：58.44（按1975年国际原子量）

一、技术条件

1. NaCl含量：99.95～100.05%。
2. 水溶液反应：合格。
3. 杂质最高含量（指标以%计）：

名 称	基 准（容 量）
(1) 澄清度试验	合 格
(2) 水不溶物	0.003
(3) 干燥失重	0.2
(4) 溴化物 (Br)	0.02
(5) 碘化物 (I)	0.002
(6) 硫酸盐 (SO ₄)	0.001
(7) 硝酸盐 (NO ₃)	0.002
(8) 氮化合物 (N)	0.0005
(9) 镁 (Mg)	0.001
(10) 钾 (K)	0.01
(11) 钙 (Ca)	0.005
(12) 铁 (Fe)	0.0001
(13) 砷 (As)	0.00002
(14) 钡 (Ba)	合 格
(15) 重金属 (Pb)	0.0005

国 家 标 准 计 量 局 发 布
中 华 人 民 共 和 国 石 油 化 学 工 业 部 提 出

1 9 7 7 年 1 0 月 1 日 实 施
北 京 化 工 厂 起 草

二、检验规则

按 GB 619—77 之规定进行取样及验收。

三、试验方法

测定中所需标准溶液、杂质标准液、制剂及制品按 GB 601—77、GB 602—77、GB 603—77 之规定制备。

1. NaCl 含量测定：称取 0.15 克于 500~600℃ 灼烧恒重的样品，称准至 0.00002 克，置于反应瓶中，溶于 70 毫升水中，加 3 滴 0.5% 荧光素指示液及 10 毫升 1% 淀粉溶液。按称量滴定法用 0.1 N 硝酸银标准溶液滴定至乳液呈粉红色。

NaCl 含量% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{W \cdot C \times 0.05844}{G} \times 100$$

式中：W —— 硝酸银标准溶液之重量，克；

C —— 硝酸银标准溶液之浓度，毫克当量/克；

G —— 样品重量，克；

0.05844 —— 每毫克当量 NaCl 之克数。

注：① NaCl 之密度为 2.16 克/厘米³。

② 浮力校正参照附录计算。

2. 水溶液反应：称取 5 克样品，称准至 0.01 克，溶于 50 毫升不含二氧化碳的水中，加 2 滴 1% 酚酞指示液，溶液应无色。加 0.05 毫升 0.1 N 氢氧化钠标准溶液，溶液应呈现粉红色。

3. 杂质测定：样品须称准至 0.01 克。

(1) 澄清度试验：称取 25 克样品，溶于 100 毫升水中，其浊度不得大于澄清度标准 1 号。

(2) 水不溶物：称取 50 克样品，溶于 200 毫升水中，在水浴上保温 1 小时，用恒重的 4 号玻璃滤坩过滤，以热水洗涤滤渣至洗液无氯离子反应，于 105~110℃ 烘至恒重，滤渣重量不得大于 1.5 毫克。

(3) 干燥失重：称取 3 克样品，置于恒重的称量瓶中，称准至 0.0002 克。于 130℃ 烘至恒重，由减轻之重量计算干燥失重的百分数。

(4) (5) 溴化物和碘化物

碘化物：称取 6 克样品，溶于 50 毫升水，移入分液漏斗中，加 2 毫升盐酸

及 5 毫升 10% 三氯化铁溶液，摇匀，放置 5 分钟，加 10 毫升四氯化碳，振摇 1 分钟，放置分层，收集四氯化碳层于比色管中，再每次用 5 毫升四氯化碳萃取两次，并入比色管中，（保留水溶液）有机层所呈紫色不得深于标准。

溴化物：将分液漏斗中的水溶液，每次用 5 毫升四氯化碳萃取两次，弃去四氯化碳，于溶液中加入 35 毫升硫酸（1 : 1）及 10 毫升铬酸溶液（10 克铬酸溶于 100 毫升 10N 硫酸中），摇匀，放置 5 分钟。加 10 毫升四氯化碳，振摇 1 分钟放置分层，收集四氯化碳层于比色管中，再用 5 毫升四氯化碳萃取，并入比色管中，有机层所呈黄色不得深于标准。

标准是取 1 克样品，0.1 毫克 I 及 1 毫克 Br 与样品同时同样处理。

（6）硫酸盐：称取 1 克样品，溶于 10 毫升水中，加 5 毫升 95% 乙醇、1 毫升 3 N 盐酸，在不断振摇下滴加 3 毫升 25% 氯化钡溶液，稀释至 25 毫升，摇匀，放置 10 分钟，所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.01 毫克的 SO_4 与样品同时同样处理。

（7）硝酸盐：称取 1 克样品，溶于 10 毫升水，加 1 毫升 0.001 M 靛蓝二磺酸钠，在摇动下于 10~15 秒钟内加 10 毫升硫酸，所呈蓝色不得浅于标准。

标准是取 1 克不含硝酸盐的氯化钠及 0.02 毫克的 NO_3 与样品同时同样处理。

注：不含硝酸盐的氯化钠的制备，用优级纯氯化钠重结晶。

（8）氮化合物：称取 2.5 克样品，按 GB 609—77 之规定测定，所呈黄色不得深于标准。

标准是取 0.013 毫克的 N 与样品同时同样处理。

（9）镁：

a. 原子吸收分光光度法

仪器条件：

光源：镁空心阴极灯；

波长：285.2 毫微米；

火焰：乙炔—空气。

测定方法：称取 10 克样品，溶于水，稀释至 100 毫升，取 10 毫升，共四份，按 HG 3—1013—76 第二章第 2 条第（2）款之规定测定。

b. 化学分析法

称取 1 克样品，溶于 20 毫升水中，加 1 毫升 0.05% 达旦黄溶液，摇匀，加 2.5 毫升 1 N 氢氧化钠，摇匀，所呈红色不得深于标准。

标准是取 1 克不含钙及镁的氯化钠及 0.01 毫克的 Mg 与样品同时同样处理。

(10) 钾：称取 1 克样品，溶于水，稀释至 100 毫升，用火焰光度计在 766.5 毫微米测定。检流计所示电流值不得大于标准。

标准是取 0.1 毫克的 K 与样品同时同样处理。

(11) 钙：

a. 原子吸收分光光度法

仪器条件：

光源：钙空心阴极灯；

波长：422.7 毫微米；

火焰：乙炔—空气。

测定方法：称取 10 克样品，溶于水，稀释至 100 毫升，取 10 毫升，共四份，按 HG 3—1013—76 第二章第 2 条第 (2) 款之规定测定。

b. 化学分析法

称取 1 克样品，溶于 100 毫升水中，取 10 毫升，加 10 毫升 95% 乙醇，0.5 毫升混合碱及 1 毫升 0.2% 乙二醛缩双(邻氨基酚)乙醇溶液，放置 5 分钟，用 5 毫升三氯甲烷萃取(温度不超过 30℃)，立即比色，有机层所呈红色不得深于标准。

标准是取 0.005 毫克的 Ca，稀释至 10 毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

(12) 铁：称取 5 克样品，溶于 20 毫升水中，加 2 毫升 10% 磷基水杨酸溶液，摇匀，加 5 毫升 10% 氨水，摇匀，所呈黄色不得深于标准。

标准是取 0.005 毫克的 Fe 与样品同时同样处理。

(13) 砷：称取 5 克样品，按 GB 610—77 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 0.001 毫克的 As 与样品同时同样处理。

(14) 钡：称取 4 克样品，溶于 20 毫升水(必要时过滤)，将滤液分成两份，1 份加 1 毫升 4 N 硫酸，另 1 份加 1 毫升水，摇匀，放置 2 小时，二者透明度应无差别。

(15) 重金属：称取 4 克样品，溶于水，稀释至 40 毫升，取 30 毫升，稀释至 40 毫升，加 1 毫升 1 N 乙酸及 10 毫升新制备的饱和硫化氢水，摇匀，放置 10 分钟。所呈暗色不得深于标准。

标准是取剩余的 10 毫升样品溶液及 0.01 毫克的 Pb，稀释至 40 毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

四、包装及标志

1. 包装：按 HG 3—119—64 之规定。

内包装形式：G—2、G_Z—2、G—3、G_Z—3；

外包装形式：I—1、II、III；

包装单位：第 4、5 类。

2. 标志：按 HG 3—119—64 之规定。
-

中华人民共和国

国家标准

GB 1254 - 77

草酸钠

本试剂为白色结晶粉末，溶于水，不溶于乙醇。

示性式： $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

分子量：134.00（按1975年国际原子量）

一、技术条件

1. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 含量：99.95~100.05%。
2. 水溶液反应：合格。
3. 杂质最高含量（指标以%计）：

名 称	基 准（容 量）
(1) 澄清度试验	合 格
(2) 水不溶物	0.005
(3) 干燥失重	0.01
(4) 氯化物（Cl）	0.001
(5) 硫化物（以 SO_4 计）	0.002
(6) 氮化合物（N）	0.001
(7) 钾（K）	0.005
(8) 铁（Fe）	0.0002
(9) 重金属（以Pb计）	0.001
(10) 硫酸试验	合 格

二、检验规则

按 GB 619—77之规定进行取样及验收。

国 家 标 准 计 量 局 发 布
中 华 人 民 共 和 国 石 油 化 学 工 业 部 提 出

1977年10月1日 实施
北 京 化 工 厂 起 草

三、试验方法

测定中所需标准溶液、杂质标准液、制剂及制品按 GB 601—77、GB 602—77、GB 603—77 之规定制备。

1. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 含量测定：称取 0.2 克于 105~110℃ 烘至恒重的样品，称准至 0.00002 克，置于反应瓶中，溶于 100 毫升含有 8 毫升硫酸的水中。按称量滴定法用 0.1N 高锰酸钾标准溶液滴定，近终点时（距终点 1~2 滴）加热至 65℃，继续滴定至溶液呈粉红色保持 30 秒钟。同时作空白试验。

$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 含量 % (X) 按下式计算：

$$X = \frac{(W_1 - W_2) \cdot C \times 0.06700}{G} \times 100$$

式中： W_1 —— 高锰酸钾标准溶液之重量，克；

W_2 —— 空白试验高锰酸钾标准溶液之重量，克；

C —— 高锰酸钾标准溶液之浓度，毫克当量/克；

G —— 样品重量，克；

0.06700 —— 每毫克当量 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 之克数。

注：① $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 之密度为 2.27 克/厘米³。

② 若标定与样品同时测定，可以不作空白试验。

③ 浮力校正参照附录计算。

2. 水溶液反应：称取 3 克样品，称准至 0.01 克，溶于 100 毫升不含二氧化碳的水中，用酸度计测定，pH 值应在 7.5~8.5 之间。

3. 杂质测定：样品须称准至 0.01 克。

(1) 澄清度试验：称取 4 克样品，溶于 100 毫升热水中，其浊度不得大于澄清度标准 2 号。

(2) 水不溶物：称取 10 克样品，溶于 250 毫升热水中，在水浴上保温 1 小时，用恒重的 4 号玻璃滤锅过滤，以热水洗涤滤渣至洗液无钠离子反应。于 105~110℃ 烘至恒重。滤渣重量不得大于 0.5 毫克。

(3) 干燥失重：称取 10 克样品，置于恒重的称量瓶中，称准至 0.0002 克，于 105~110℃ 烘至恒重，由减轻之重量计算干燥失重的百分数。

(4) 氯化物：称取 1 克样品，溶于 20 毫升水及 8 毫升 5N 硝酸，加 1 毫升 0.1N 硝酸银，摇匀，放置 10 分钟。所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.01 毫克的 Cl 与样品同时同样处理。

(5) 硫化物: 称取 1 克样品, 置于蒸发皿中, 加入 2 毫升水, 2 毫升硝酸及 2 毫升过氧化氢, 盖以表面皿, 在水浴上保温 1 小时, 蒸干。加 6 毫升 6 N 盐酸溶解, 蒸干。残渣溶于 10 毫升水 (必要时过滤), 加 5 毫升 95% 乙醇, 1 毫升 3 N 盐酸, 在不断振摇下滴加 3 毫升 25% 氯化钡溶液, 稀释至 25 毫升, 摇匀, 放置 10 分钟。所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.02 毫克的 SO_4 与样品同时同样处理。

(6) 氮化合物: 称取 1 克样品, 按 GB 609—77 之规定测定, 所呈黄色不得深于标准。

标准是取 0.01 毫克的 N 与样品同时同样处理。

(7) 钾: 称取 1 克样品, 溶于水, 稀释至 100 毫升, 用火焰光度计在 766.5 微米测定, 检流计所示电流值不得大于标准。

标准是取 0.05 毫克的 K 与样品同时同样处理。

(8) 铁: 称取 1 克样品, 溶于 30 毫升热水中, 加 2 毫升 10% 磺基水杨酸溶液, 摇匀, 加 5 毫升 10% 氨水, 摇匀。所呈黄色不得深于标准。

标准是取 0.002 毫克的 Fe 与样品同时同样处理。

(9) 重金属: 称取 2 克样品, 置于蒸发皿中, 加 2 毫升水, 2 毫升硝酸及 2 毫升过氧化氢, 盖以表面皿, 在水浴上保温 1 小时, 蒸干, 加 4 毫升硝酸 (1:1), 再蒸干, 残渣溶于水, 用 10% 氨水中和, 稀释至 40 毫升, 取 30 毫升, 稀释至 40 毫升, 加 1 毫升 1 N 乙酸及 10 毫升新制备的饱和硫化氢水, 摇匀, 放置 10 分钟。所呈暗色不得深于标准。

标准是取剩余的 10 毫升样品溶液及 0.01 毫克的 Pb 稀释至 40 毫升, 与同体积样品溶液同时同样处理。

(10) 硫酸试验: 称取 1 克样品, 置于蒸发皿中, 加 10 毫升硫酸, 加热至硫酸蒸气开始逸出, 冷却。溶液所呈颜色不得深于 GB 605—77 规定之 50 号色度标准。

四、包装及标志

1. 包装: 按 HG 3—119—64 之规定。

内包装形式: G_z-2 、 G_z-3 ;

外包装形式: I—1、II;

包装单位: 第 2、3 类。

2. 标志: 按 HG 3—119—64 之规定。

中华人民共和国

国家标准

GB 1255-77

无水碳酸钠

本试剂为白色粉末，暴露于空气中逐渐吸水变成 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，溶于水，不溶于乙醇。

分子式： Na_2CO_3

分子量：105.99（按1975年国际原子量）

一、技术条件

1. Na_2CO_3 含量：99.95~100.05%。

2. 杂质最高含量（指标以%计）：

名 称	基 准（容量）
(1) 澄清度试验	合 格
(2) 水不溶物	0.005
(3) 灼烧失重	0.5
(4) 氯化物（Cl）	0.001
(5) 硫化合物（以 SO_4 计）	0.002
(6) 氮化合物（N）	0.001
(7) 磷酸盐（ PO_4 ）	0.001
(8) 硅酸盐（ SiO_3 ）	0.001
(9) 镁（Mg）	0.0005
(10) 铝（Al）	0.005
(11) 钾（K）	0.005
(12) 钙（Ca）	0.01
(13) 铁（Fe）	0.0001
(14) 砷（As）	0.00002
(15) 重金属（以Pb计）	0.0005

国家标准计量局 发布
中华人民共和国石油化学工业部 提出

1977年10月1日 实施
北京化工厂 起草

二、检验规则

按 GB 619—77 之规定进行取样及验收。

三、试验方法

测定中所需标准溶液、杂质标准液、制剂及制品按 GB 601—77、GB 602—77、GB 603—77 之规定制备。

1. Na_2CO_3 含量测定：称取 0.15 克于 300°C 灼烧恒重的样品，称准至 0.00002 克，置于反应瓶中，溶于 50 毫升水中，加 10 滴溴甲酚绿—甲基红混合指示液。按称量滴定法用 0.1 N 盐酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2 分钟，安上装有钠石灰的双球管，冷却。继续滴定至溶液呈暗红色。

Na_2CO_3 含量 % (X) 按下式计算：

$$X = \frac{W \cdot C \times 0.05299}{G} \times 100$$

式中：W —— 盐酸标准溶液之重量，克；

C —— 盐酸标准溶液之浓度，毫克当量/克；

G —— 样品重量，克；

0.05299 —— 每毫克当量 Na_2CO_3 之克数。

注：① Na_2CO_3 之密度为 2.53 克/厘米³。

② 浮力校正参照附录计算。

2. 杂质测定：样品须称准至 0.01 克。

(1) 澄清度试验：称取 5 克样品，溶于 100 毫升水中，其浊度不得大于澄清度标准 1 号。

(2) 水不溶物：称取 10 克样品，溶于 200 毫升水中，用恒重的 4 号玻璃滤坩过滤，以热水洗涤滤渣至洗液无碳酸盐离子反应，于 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘至恒重。滤渣重量不得大于 0.5 毫克。

(3) 灼烧失重：称取 5 克样品，置于恒重的铂坩埚中，称准至 0.0002 克。逐渐升温，于 $270 \sim 300^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重，由减轻之重量计算灼烧失重百分数。

(4) 氯化物：称取 1 克样品，溶于 10 毫升水中，滴加 5 N 硝酸中和（必要时过滤），稀释至 25 毫升，加 2 毫升 5 N 硝酸及 1 毫升 0.1 N 硝酸银，摇匀，放置 10 分钟。所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.01 毫克的 Cl，稀释至 25 毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

(5) 硫化物: 称取 0.5 克样品, 溶于 10 毫升水中。加 0.3 毫升过氧化氢, 煮沸数分钟, 冷却, 用 6 N 盐酸中和, 并过量 1 毫升, 再煮沸, 冷却, 稀释至 10 毫升, 加 5 毫升 95% 乙醇, 1 毫升 3 N 盐酸, 在不断振摇下滴加 3 毫升 25% 氯化钡溶液, 稀释至 25 毫升, 摇匀, 放置 10 分钟。所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.01 毫克的 SO_4 稀释至 10 毫升, 与同体积样品溶液同时同样处理。

(6) 氮化合物: 称取 5 克样品, 按 GB 609—77 之规定测定, 所呈黄色不得深于标准。

标准是取 0.05 毫克的 N 与样品同时同样处理。

(7) 磷酸盐: 称取 1 克样品, 溶于水中, 加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液, 用 4 N 硫酸中和至黄色消失, 稀释至 20 毫升, 加 6 毫升 4 N 硫酸, 冷却。加 4 毫升 10% 钼酸铵溶液, 摇匀, 放置 10 分钟。加 4 毫升 10% 酒石酸溶液, 2 毫升 1% 抗坏血酸溶液, 稀释至 40 毫升, 滴加 0.4 毫升新制备的 0.5% 氯化亚锡溶液, 摇匀, 稀释至 50 毫升。所呈蓝色不得深于标准。

标准是取 0.01 毫克 PO_4 稀释至 20 毫升, 与同体积样品溶液同时同样处理。

(8) 硅酸盐: 称取 0.5 克样品, 溶于水中, 加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液, 用 4 N 硫酸中和至黄色消失, 稀释至 10 毫升。加 1 毫升 4 N 硫酸, 摇匀。加 3 毫升 10% 钼酸铵溶液, 摇匀。放置 20 分钟。加 0.8 毫升 5% 草酸溶液, 滴加 4 毫升 10 N 硫酸及 1.5 毫升 10% 硫酸亚铁铵溶液, 稀释至 25 毫升, 摇匀, 放置 10 分钟。所呈蓝色不得深于标准。

标准是取 0.005 毫克的 SiO_3 , 稀释至 10 毫升, 与同体积样品溶液同时同样处理。

(9) 镁:

a. 原子吸收分光光度法

仪器条件:

光源: 镁空心阴极灯;

波长: 285.2 毫微米;

火焰: 乙炔-空气。

测定方法: 称取 10 克样品, 溶于水中, 用 6 N 盐酸中和, 稀释至 100 毫升, 取 20 毫升, 共四份, 按 HG 3—1013—76 第二章第 2 条第 (2) 款之规定测定。

b. 化学分析法

称取 1 克样品, 溶于水中, 加 6 毫升 6 N 盐酸, 在水浴上蒸干, 残渣溶于

水，稀释至20毫升。加1毫升0.05%达旦黄溶液，摇匀，加2.5毫升1 N氢氧化钠，摇匀。所呈红色不得深于标准。

标准是取1克不含钙及镁的氯化钠及0.005毫克的Mg稀释至20毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

(10) 铝：称取0.5克样品，溶于水中，用6 N盐酸中和，稀释至25毫升，取10毫升，稀释至15毫升。加10毫升乙酸-乙酸铵缓冲溶液（pH 4~5），加1毫升0.1%铝试剂溶液，摇匀。所呈红色不得深于标准。

标准是取0.01毫克的Al，稀释至15毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

(11) 钾：称取1克样品，溶于水中，用6 N盐酸中和，稀释至100毫升，用火焰光度计在766.5毫微米测定，检流计所示电流值不得大于标准。

标准是取0.05毫克的K与样品同时同样处理。

(12) 钙：

a. 原子吸收分光光度法

仪器条件：

光源：钙空心阴极灯；

波长：422.7毫微米；

火焰：乙炔-空气。

测定方法：称取10克样品，溶于水，用6 N盐酸中和，稀释至100毫升，取10毫升，共四份，按HG 3—1013—76 第二章第2条第（2）款之规定测定。

b. 化学分析法

称取0.5克样品，溶于水中，用6 N盐酸中和，煮沸5分钟，冷却，稀释至50毫升。取10毫升，加10毫升95%乙醇及0.5毫升混合碱及1毫升0.2%乙二醛缩双（邻氨基酚）乙醇溶液，摇匀。放置5分钟，用5毫升三氯甲烷萃取（温度不超过30℃），立即比色。有机层所呈红色不得深于标准。

标准是取0.01毫克的Ca稀释至10毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

(13) 铁：称取3克样品，溶于水中，用6 N盐酸中和，并过量1毫升，煮沸5分钟，冷却。稀释至25毫升，加30毫克过硫酸铵及2毫升25%硫氰酸铵溶液，用10毫升正丁醇萃取。有机层所呈红色不得深于标准。

标准是取0.003毫克的Fe与样品同时同样处理。

(14) 砷：称取5克样品，溶于20毫升水中，用4 N硫酸中和，按GB 610—77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 0.001 毫克的 As，与中和后的样品溶液同时同样处理。

(15) 重金属：称取 6 克样品，溶于 25 毫升水中。用 5 N 硝酸中和，并过量 0.5 毫升，在水浴上蒸干。残渣溶于水，加 2 滴 1 % 酚酞指示液，用 0.1 N 氢氧化钠中和，稀释至 40 毫升。取 30 毫升，稀释至 40 毫升，加 1 毫升 1 N 乙酸及 10 毫升新制备的饱和硫化氢水，摇匀，放置 10 分钟。所呈暗色不得深于标准。

标准是取剩余的 10 毫升样品溶液及 0.015 毫克的 Pb，稀释至 40 毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

四、包装及标志

1. 包装：按 HG 3—119—64 之规定。

内包装形式：G—2、G_Z—2、G—3、G_Z—3；

外包装形式：I—1、II、III；

包装单位：第 2、3 类。

2. 标志：按 HG 3—119—64 之规定。
-

中华人民共和国

国家标准

GB 1256—77

三氧化二砷

本试剂为白色无定形结晶粉末，易升华，剧毒。溶于水，易溶于碱金属的氢氧化物或碳酸盐中。

分子式： As_2O_3

分子量：197.84（按1975年国际原子量）

一、技术条件

1. As_2O_3 含量：99.95~100.05%。

2. 杂质最高含量（指标以%计）：

名 称	基 准（容量）
(1) 澄清度试验	合 格
(2) 氨水不溶物	0.01
(3) 灼烧残渣	0.005
(4) 氯化物（Cl）	0.002
(5) 硫化物（S）	0.0001
(6) 砷化氢（ AsH_3 ）	0.0005
(7) 铁（Fe）	0.002
(8) 铜（Cu）（以Pb计）	0.0005

二、检验规则

按 GB 619—77之规定进行取样及验收。

三、试验方法

测定中所需标准溶液、杂质标准液、制剂及制品按 GB 601—77、GB 602—77、GB 603—77之规定制备。

国家标准计量局 发布
中华人民共和国石油化学工业部 提出

1977年10月1日 实施
北京化工厂 起草

1. As_2O_3 含量测定: 称取 0.15 克预先在硫酸干燥器干燥至恒重的样品, 称准至 0.00002 克, 置于反应瓶中, 加 4 毫升 1 N 氢氧化钠溶解, 再加 50 毫升水, 1 滴 1% 酚酞指示液, 用 1 N 硫酸中和, 加 3 克碳酸氢钠及 3 毫升 0.5% 淀粉指示液。按称量滴定法用 0.1 N 碘标准溶液滴定至溶液呈浅蓝色。同时作空白试验。

As_2O_3 含量% (X) 按下式计算:

$$X = \frac{W \cdot C \times 0.04946}{G} \times 100$$

式中: W —— 碘标准溶液之重量, 克;

C —— 碘标准溶液之浓度, 毫克当量/克;

G —— 样品重量, 克;

0.04946 —— 每毫克当量 As_2O_3 之克数。

注: ① As_2O_3 之密度为 3.74 克/厘米³。

② 若标定与样品同时测定, 可以不作空白试验。

③ 浮力校正参照附录计算。

2. 杂质测定: 样品须称准至 0.01 克。

(1) 澄清度试验: 称取 10 克样品, 加 65 毫升水及 35 毫升氨水, 加热溶解, 其浊度不得大于澄清度标准 1 号。

(2) 氨水不溶物: 将测定澄清度试验的溶液, 用恒重的 4 号玻璃滤坩过滤, 以温热的 2.5% 氨水洗涤滤渣至洗液无砷离子反应, 于 105~110℃ 烘至恒重, 滤渣重量不得大于 1.0 毫克。

(3) 灼烧残渣: 称取 10 克样品, 置于恒重的坩锅中, 在通风橱中, 加热至样品完全挥发, 于 800℃ 灼烧至恒重。(保留残渣) 残渣重量不得大于 0.5 毫克。

(4) 氯化物: 称取 0.5 克样品, 加 3 毫升 10% 氨水及 5 毫升水, 加热溶解, 冷却。用 5 N 硝酸中和。稀释至 25 毫升(必要时过滤), 加 2 毫升 5 N 硝酸及 1 毫升 0.1 N 硝酸银, 摇匀, 放置 10 分钟。所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.01 毫克的 Cl, 稀释至 25 毫升, 与同体积样品溶液同时同样处理。

(5) 硫化物: 称取 1 克样品, 溶于 10 毫升 10% 氢氧化钠溶液中, 加 0.1 毫升 5% 乙酸铅溶液, 所呈暗色不得深于标准。

标准是取 0.001 毫克的 S 与样品同时同样处理。

(6) 铁: 于灼烧残渣中, 加 2 毫升 4 N 硫酸, 在水浴上加热至残渣溶解, 稀释至 100 毫升, 取 20 毫升, 加 2 毫升 10% 磺基水杨酸溶液, 摇匀, 加 5 毫升 10% 氨水, 摇匀。所呈黄色不得深于标准。

标准是取 0.4 毫升 4 N 硫酸及 0.01 毫克的 Fe，稀释至 20 毫升，与同体积样品溶液同时同样处理。

(7) 锑：称取 0.5 克样品，温热溶于 50 毫升 6 N 盐酸中，冷却。取 10 毫升，加 0.2 毫升 10% 亚硝酸钠溶液，摇匀，放置 2 分钟。加 0.3 毫升饱和尿素溶液，冷却，摇动至无气泡产生。稀释至 25 毫升，加 5 毫升苯（或甲苯）及 0.5 毫升 0.2% 孔雀石绿溶液，振摇 1 分钟。有机层所呈绿色不得深于标准。

标准是取 10 毫升 6 N 盐酸及 0.002 毫克的 Sb 与同体积样品溶液同时同样处理。

(8) 重金属：称取 2 克样品，溶于 10 毫升 10% 氢氧化钠溶液中，加 0.5 毫升 10% 酒石酸钾钠溶液，稀释至 40 毫升，摇匀。加 10 毫升新制备的饱和硫化氢水，摇匀，放置 10 分钟。所呈暗色不得深于标准。

标准是取 0.01 毫克的 Pb，与样品同时同样处理。

四、包装及标志

1. 包装：按 HG 3—119—64 之规定。

内包装形式：G_Z—3；

外包装形式：I—1；

包装单位：第 3、4 类。

2. 标志：按 HG 3—119—64 之规定，并注明“毒害品”。