

3/2  
国 定 全 苏 标 准

# 无 机 試 剂

第 二 册

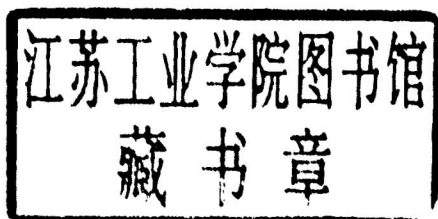
(内部資料・注意保密)

化学工业出版社

# 無 机 試 剂 标 准

## 第 二 册

硝 酸 鈣 — 氯 化 鈉



國 家 标 准 出 版 局

1 9 4 9

兰理良珍州元浩彭娟玲元元添  
玉树志如詠树宏文娟翠紀树张  
魏陈水王刘陈朱王宋賈承陈黄

澄良泽娥襄凤德芳丽彭汉政衡蔚  
影玉馨淑一紹凤淑忠亦演树子文  
姚潘王王康吳叶郑龐戴陈张蔡馮

定英全德玖嗣添琴楫培平岳霞章  
永蕙崇肖崇张湘良士广中瑞文  
孙徐蔣宁唐刘黄郑刘唐李张张吳

翻譯：

审校：

終校：

# 目 錄

|                               | 頁次  |
|-------------------------------|-----|
| ГОСТ 4142—48 硝酸鈣.....         | 3   |
| ГОСТ 3210—46 硫酸鈣.....         | 7   |
| ГОСТ 4530—48 碳酸鈣.....         | 12  |
| ГОСТ 3204—46 磷酸氫鈣.....        | 16  |
| ГОСТ 4161—48 粒狀氯化鈣.....       | 21  |
| ГОСТ 4141—48 氯化鈣(結晶狀).....    | 24  |
| ГОСТ 4460—48 熔融氯化鈣.....       | 28  |
| ГОСТ 4238—48 鋁鉍矾.....         | 30  |
| ГОСТ 4329—49 鋁鉀矾.....         | 34  |
| ГОСТ 4205—48 鉄鉍矾.....         | 39  |
| ГОСТ 4162—48 鉻矾.....          | 43  |
| ГОСТ 4461—48 硝酸.....          | 46  |
| ГОСТ 2062—43 溴氫酸.....         | 52  |
| ГОСТ 4200—48 碘氫酸.....         | 57  |
| ГОСТ 4213—48 碘酸.....          | 62  |
| ГОСТ 4214—48 矽酸水化物(含水矽酸)..... | 65  |
| ГОСТ 4204—48 硫酸.....          | 67  |
| ГОСТ 3118—46 鹽酸.....          | 72  |
| ГОСТ 841 —41 偏磷酸.....         | 78  |
| ГОСТ 4528—48 硝酸鈷.....         | 82  |
| ГОСТ 4219—48 亞硝酸鈷鈉.....       | 87  |
| ГОСТ 4462—48 硫酸鈷.....         | 90  |
| ГОСТ 4525—48 氯化鈷.....         | 95  |
| ГОСТ 4523—48 硫酸鎂.....         | 100 |
| ГОСТ 4209—48 氯化鎂.....         | 105 |
| ГОСТ 435 —41 硫酸錳.....         | 111 |
| ГОСТ 612 —41 氯化錳.....         | 116 |
| ГОСТ 4163—48 硝酸銅.....         | 121 |
| ГОСТ 4222—48 氯化鉍銅.....        | 125 |
| ГОСТ 4164—48 氯化亞銅.....        | 128 |
| ГОСТ 4165—48 硫酸銅.....         | 132 |
| ГОСТ 897 —41 無水硫酸銅.....       | 135 |
| ГОСТ 4167—48 氯化銅.....         | 137 |
| ГОСТ 1124—41 電解銅.....         | 141 |

|              |           |     |
|--------------|-----------|-----|
| ГОСТ 4328—48 | 氫氧化鈉      | 143 |
| ГОСТ 4197—48 | 亞硝酸鈉      | 149 |
| ГОСТ 4168—48 | 硝酸鈉       | 153 |
| ГОСТ 4170—48 | 磷酸氫鈉      | 159 |
| ГОСТ 4169—48 | 溴化鈉       | 164 |
| ГОСТ 4782—49 | 鉍酸鈉(碳酸鉍鈉) | 172 |
| ГОСТ 4201—48 | 碳酸氫鈉      | 175 |
| ГОСТ 4237—48 | 重鉻酸鈉      | 181 |
| ГОСТ 4239—48 | 矽酸鈉       | 185 |
| ГОСТ 4218—48 | 亞硝基亞鐵氰化鈉  | 189 |
| ГОСТ 342 —41 | 焦磷酸鈉      | 191 |
| ГОСТ 195 —41 | 無水亞硫酸鈉    | 196 |
| ГОСТ 429 —41 | 結晶亞硫酸鈉    | 200 |
| ГОСТ 2053—43 | 硫化鈉       | 204 |
| ГОСТ 4215—48 | 硫代硫酸鈉     | 207 |
| ГОСТ 4166—48 | 硫酸鈉(無水)   | 210 |
| ГОСТ 4171—48 | 結晶硫酸鈉     | 214 |
| ГОСТ 4199—48 | 四硼酸鈉      | 218 |
| ГОСТ 83 —41  | 無水碳酸鈉     | 222 |
| ГОСТ 84 —41  | 結晶碳酸鈉     | 228 |
| ГОСТ 200 —41 | 次磷酸氫鈉     | 234 |
| ГОСТ 4172—48 | 磷酸氫二鈉     | 237 |
| ГОСТ 245 —41 | 磷酸二氫鈉     | 242 |
| ГОСТ 4463—48 | 氟化鈉       | 247 |
| ГОСТ 4233—48 | 氯化鈉       | 252 |

|                   |             |                 |
|-------------------|-------------|-----------------|
| 苏联部长會議<br>全苏标准委员会 | 国 定 全 苏 标 准 | ГОСТ 4142—48    |
|                   | 試 剂         | 代替 OCT BKC 5462 |
|                   | 硝 酸 鈣       | Л 5 1 組         |

硝酸鈣为无色結晶，可溶于水，于空气中潮解。

分子式：  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量 (根据1947年国际原子量)—236.16。

### 工. 技 术 条 件

1.  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  含量不得小于99%。
2. 酸度——应符合于第12条的試驗。
3. 容許杂质的最大含量，以%計：

| 杂 质 名 称                  | “化 学 純” | “分 析 純” | “純”    |
|--------------------------|---------|---------|--------|
| (1) 水不溶物                 | 0.002   | 0.005   | 0.01   |
| (2) 氯化物(Cl)              | 0.002   | 0.005   | 0.01   |
| (3) 硫酸盐( $\text{SO}_4$ ) | 0.01    | 0.02    | 0.03   |
| (4) 鉄 (Fe)               | 0.0001  | 0.0002  | 0.0005 |
| (5) 硫化氢組重金属(Pb)          | 0.0002  | 0.0005  | 0.001  |
| (6) 鎂与碱金属(成硫酸盐)          | 0.05    | 0.2     | 0.4    |

### II. 取 样

4. 取样按 ГОСТ 3885—47 进行之。
- 取样的总量不得少于0.6kg。

### III. 测 定 方 法

5.  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

碳酸鈉，ГОСТ 83—41，1 N 溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，1 N 溶液或

盐酸，ГОСТ 3118—46，1 N 溶液。

甲基橙，0.1% 溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

称取样品約 3 g 称准至 0.0002 g，置于 100 ml 量瓶中，以少量水溶解，随后加 50 ml 碳酸鈉溶液，仔細混勻之。加水至刻度。过 12 小时，用干滤紙过滤。弃去前 10 ml 滤液，其余滤入一干燥瓶內。取 50 ml 滤液，以硫酸或盐酸滴定，用甲基橙为指示剂。

|         |            |           |
|---------|------------|-----------|
| 化学工业部提出 | 全苏标准委员会批准  | 实 施 日 期   |
|         | 1948年4月27日 | 1949年6月1日 |

$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  含量的百分数(X)以下式計算:

$$X = \frac{(50 - 2v) \cdot 0.11808 \cdot 100}{G} = \frac{11.808(50 - 2v)}{G},$$

式中:

$v$ ——滴定时所用恰为 1 N 酸溶液之容积, 以 ml 計;

$G$ ——本样品重量, 以 g 計;

0.11808——相当于 1 ml 恰为 1 N 碳酸鈉溶液  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  量, 以 g 計。

#### 6. 水不溶物之測定

称取样品 50g 称准至 0.01 g, 置于烧杯中, 以 100ml 水溶解, 用表玻璃盖好烧杯, 于水浴上加热 1 小时, 用玻璃或瓷过滤坩埚过滤, 在 105~110°C 烘干至恒量。

如残渣的重量不超过下列数量时, 則样品可認為符合标准:

“化学純”样品..... 1 mg

“分析純”样品..... 2.5mg

“純”样品..... 5 mg

#### 7. 氯化物(Cl) 含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, 比重 1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1N 溶液。

蒸餾水。

含  $\text{Cl}^-$  的溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

二) 測定手續

称取本样品 100g 称准至 0.01g, 溶于少量水中, 加水至 250ml, 然后过滤, (溶液 1)。应用所得溶液进行下面的測定, (8, 9, 10, 11, 及 12 各条的試驗)。

取溶液 I 5 ml, 其中加入 5 ml 水, 1 ml 硝酸及 1 ml 硝酸銀溶液。

如果試液所呈现之乳色經 20 分钟后不深于标准溶液之乳色时, 則認為样品符合标准; 标准溶液为同体积中含有 1 ml 硝酸, 1 ml 硝酸銀以及下列 Cl 量:

“化学純”..... 0.04 mgCl

“分析純”..... 0.1 mgCl

“純”..... 0.2 mgCl

#### 8. 硫酸盐 ( $\text{SO}_4$ ) 含量之測定

一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重 1.12 及 1.19。

工业用合成甲醛, ГОСТ 1625—45, 30% 溶液。

氯化銀 ГОСТ 4108—48, 10% 的溶液。

蒸餾水。

二) 測定手續

将 25ml 溶液 1 (根据第 7 条) 置于 250ml 錐形瓶中, 加 10ml 不含硫酸盐之盐酸 (比重 1.19) 及 10ml 甲醛溶液。用表玻璃盖好瓶口, 在水浴上小心加热至气泡开始发生, 即浸入冷

水中冷却，待瓶内气体剧烈发生停止后，在水浴上加热半小时，将溶液移至瓷皿中蒸发。然后将带沉淀之瓷皿置于烘箱内，维持  $105\sim 110^\circ$  烘干，直至凝聚为硬块。逐渐提升烘箱的温度至  $180^\circ$ ，维持此温度若干时后，即移至直接火上灼烧，将灼烧之残渣溶于  $20\sim 30\text{ml}$  水中，以  $1\text{ml}$  盐酸（比重1.12）酸化，以滤纸过滤，用冷水洗涤至不含氯根为止。然后将滤液以水稀释至  $100\text{ml}$ ，加热至沸腾，再加  $5\text{ml}$  氯化银溶液。静置  $18\sim 20$  小时后，用瓷过滤坩埚过滤之，洗涤至洗液不含氯为止。干燥并将残渣灼烧至恒量。

如灼烧后残渣之重量不超过下列数值时，则认为样品符合标准：

“化学纯”样品..... $2.4\text{mg}$

“分析纯”样品..... $4.8\text{mg}$

“纯”样品..... $7.2\text{mg}$

### 9. 铁(Fe)含量之测定

#### 一) 需用试剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46， $4\text{N}$  溶液。

硫氰化铵，ГОСТ 3768—47， $4\text{N}$  溶液。

异戊醇，ГОСТ. HKTJI 7670/662。

蒸馏水。

含  $\text{Fe}^{+++}$  溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

#### 二) 测定手續

取  $12.5\text{ml}$  溶液 1 (根据第 7 条) 加  $23\text{ml}$  水， $0.25\text{ml}$  盐酸溶液， $4\text{ml}$  硫氰化铵溶液及  $10\text{ml}$  异戊醇，小心混合之。

如试液中异戊醇层之颜色不深于标准溶液中异戊醇所生成颜色时，则认为样品符合标准。标准溶液为于同体积内含有  $0.25\text{ml}$  盐酸， $4\text{ml}$  硫氰化铵， $10\text{ml}$  异戊醇及下列  $\text{Fe}$  量：

“化学纯”样品..... $0.005\text{mgFe}$

“分析纯”样品..... $0.01\text{mgFe}$

“纯”样品..... $0.025\text{mgFe}$

### 10. 硫化氢组重金属(Pb)含量之测定

#### 一) 需用试剂及溶液：

冰醋酸，ГОСТ 61—40。

醋酸钠，ГОСТ 199—41。

硫化氢水溶液，ГОСТ 4517—48，新配制者。

蒸馏水。

含  $\text{Pb}^{++}$  溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

#### 二) 测定手續

取  $12.5\text{ml}$  溶液 1 (根据第 7 条) 中，加  $12.5\text{ml}$  水， $0.5\text{ml}$  冰醋酸， $1\text{g}$  醋酸钠，10 分钟后再加  $5\text{ml}$  新配制之硫化氢水溶液。

如试液所呈现之颜色，不深于标准溶液之颜色时，则认为样品符合标准。该标准溶液为于同体积内含有  $0.5\text{ml}$  冰醋酸， $5\text{ml}$  硫化氢水溶液， $1\text{g}$  醋酸钠及下列  $\text{Pb}$  量：

“化学纯”样品..... $0.01\text{mg Pb}$

“分析純”样品……………0.025 mg Pb

“純”样品……………0.5 mg Pb

#### 11. 鎂与碱金属(硫酸盐)含量之測定

##### 一) 需用試剂及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.19。

草酸, OCT 4104, 4 % 溶液。

氨水, 不含碳酸, 按 ГОСТ 4517—48 配制, 1:2 的稀溶液。

硫酸, ГОСТ 4204—48, 比重1.84。

蒸餾水。

##### 二) 測定手續

将12.5ml 溶液 1 (根据第 7 条) 加到400~500ml 的錐形瓶中, 再加 87.5ml 水, 5 ml 盐酸, 加热至沸, 再加 100ml 草酸溶液。冷却后, 将小块石蕊試紙投入溶液, 以氨水小心中和, 加水至 250ml, 靜置 4 小时。

由澄清之溶液中滤出125ml, 收集滤液于250~300ml 的蒸发皿中, 置水浴上蒸发至干, 然后置烘箱中于120°C 烘干。再置沙浴上加热, 然后在直接火上微灼烧, 以排除鉍盐。将冷却后之残渣, 以10 滴硫酸及数 ml 水处理。所得溶液先置于水浴上蒸发, 然后在直接火上蒸发直至硫酸烟排尽为止, 再輕微灼烧, 以 3~5 ml 水溶解残渣, 并置水浴上蒸发。重复此手續三次, 再溶残渣于水, 过滤, 收集滤液于已秤重量之皿中。蒸发至干, 再小心灼烧至恒重。

如灼烧残渣的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“化学純”样品……………1.3mg

“分析純”样品……………5 mg

“純”样品……………10mg

注: 做个別試驗, 以所得溶液修正試剂中鎂及鉍金屬的計算含量。

#### 12. 酸度試驗

##### 一) 需用試剂及溶液:

碳酸鈉, ГОСТ 83—41, 1 N 溶液。

甲基橙, 0.1% 溶液。

蒸餾水。

##### 二) 測定手續

取10ml 溶液1, (根据第 7 条), 加10ml 水及 1 滴甲基橙溶液。

如果溶液所呈现之粉紅色改变而所消耗之硫酸鈉溶液不超过 0.05ml (一滴) 时, 則認為样品符合标准。

#### IV. 包装及标志

13. 样品之包装及标志按 ГОСТ 3885—47 进行之。包装形式为: 1 或 6。

|                       |             |              |
|-----------------------|-------------|--------------|
| 苏联部长會議<br><br>全苏标准委员会 | 国 定 全 苏 标 准 | ГОСТ 3210—46 |
|                       | 試 剂         |              |
|                       | 硫 酸 鈣       | Л 5 1 組      |

硫酸鈣为白色小結晶形粉末，微溶于水。

分子式：  $\text{Ca SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

分子量 (根据1941年国际原子量)——172.17。

### 工. 技 术 条 件

1. 容許杂质的最大含量，以%計：

| 杂 质 名 称                      | 規 格     |       |
|------------------------------|---------|-------|
|                              | “分 析 純” | “純”   |
| (1)一、盐酸不溶物                   | 0.025   | 0.05  |
| (2)二、氯化物 ( $\text{Cl}^-$ )   | 0.005   | 0.01  |
| (3)三、銨盐( $\text{NH}_4$ )     | 0.01    | 0.03  |
| (4)四、鎂及砷金属                   | 0.2     | 0.5   |
| (5)五、硫化氢組重金属 ( $\text{Pb}$ ) | 0.001   | 0.002 |
| (6)六、鉄 ( $\text{Fe}$ )       | 0.0005  | 0.001 |

### II. 取 样

2. 将交来的每批样品逐瓶作外观检查。

3. 从每批10%中取样，但当小批时亦不得少于两瓶。

4. 自选出之瓶中按含試剂数量的多寡比例取出一定量之試样，置入清洁，干燥之磨口瓶中。小心混合之。

取样总量不得少于125g。

5. 将所得平均試样等量分置于二清洁，干燥磨口瓶中。瓶上貼以标签并注明：出品厂名称、試剂名称、品級(“分析純”或“純”)、出品日期、批号、取样日期及地点。

送一瓶样品至工厂實驗室进行分析，将另一瓶封口，保存两个月以备仲裁分析之用。

仲裁分析之實驗室由双方協議选定之。

### III. 測定方法

6. 盐酸不溶物含量之測定

一) 需用試剂及溶液：

盐酸，ГОСТ 3118—46。

蒸餾水。

二) 測定手續

以 170g 水与 20ml 盐酸(比重1.12)的混合液溶解 4 g 本样品，用 №4 玻璃过滤坩埚过滤

|         |            |           |
|---------|------------|-----------|
| 苏联保健部提出 | 全苏标准委员会批准  | 实 施 日 期   |
|         | 1946年6月19日 | 1946年9月1日 |

之。用 100ml 热水洗滌滤紙上的沉淀，置烘箱內于 105°C 烘干至最后两次称量之差不大于 0.0002g 为止。

如干燥沉淀的重量不超过下列数值时，則認為样品符合标准：

“分析純”.....1.0 mg

“純”.....2.0 mg

将滤液及洗液以水稀释至 200ml，并保存以备鎂及砷金属测定之用(参看第 9 条)。

## 7. 氯化物含量之測定

### 一) 需用試剂及溶液：

硝酸，OCT HKTP 2689。

硝酸銀，ГОСТ 1277—41，0.1N 的溶液。

氯化鈉，化学純品，OCT HKTP 7396/550。

蒸餾水。

含氯离子的溶液——在水中溶解稍加灼烧之氯化鈉 1.648 g，并以水稀释至 1l。取其 5 ml 用水稀释至 250ml。

1 ml 所配溶液含有 0.02mg 氯离子。

### 二) 測定手續

称取样品 10g，称准至 0.01 g，加 70ml 水煮开，溶液冷却后过滤，以水在漏斗上洗滌沉淀(洗三次，每次 10ml)并收集滤液及洗液于 100ml 量瓶內。

将烧瓶中溶液用水稀释至刻度。本测定以及鉍盐含量之测定均应用此溶液(参看第 8 条)。

取此溶液 4 ml，加 6 ml 水、1 ml 硝酸(比重 1.15)及 1 ml 0.1N 硝酸銀溶液。

同时应配制标准溶液，标准溶液为同体积內含有 1 ml 硝酸(比重 1.15)及 1 ml 0.1N 硝酸銀溶液及 Cl 量：

“分析純”.....0.02mg 氯离子

“純”.....0.04mg 氯离子

如試液所呈现之乳色經十分钟后不深于标准溶液之乳色时，則認為样品符合标准。

## 8. 鉍盐含量之測定

### 一) 需用試剂及溶液：

碘化鉀，OCT HKTP 7384/538。

苛性鉀，OCT 17374—40。

碘化亚汞。

硫酸鉍，OCT 5120。

蒸餾水。

納氏(Несслер)試剂——将碘化鉀 2.0g 溶于 5 ml 水，加热，分数次加少量之碘化亚汞，直至其不复溶解为止(約 3.2g)。于所得溶液中加 20ml 水及 40g 苛性鉀，使澄清并經石棉过滤之。

含鉍离子之溶液——于水中溶解于 100°C 烘干之硫酸鉍 3.663g，以水稀释至 1l，取其 10ml 以水稀释至 100ml。

1 ml所配溶液中含有0.1ml 鉍离子。

## 二) 測定手續

取測定氯离子含量时所配制之溶液10ml(參看第7条), 加30ml 水及2 ml 納氏試劑, 小心混合之。

同时应配制标准溶液, 标准溶液为同体积內含有2 ml 納氏試劑及下列鉍离子:

“化学純”.....0.1mg 鉍离子

“純”.....0.3mg 鉍离子

如試液所呈現之顏色不深于标准溶液的顏色时, 則認為样品符合标准。

## 9. 鎂及硷金属含量之測定

### 一) 应用試劑:

氨水, OCT 17403—38, 10%溶液。

草酸鉍, OCT 2758。

硫酸, OCT HKTH 3573。

蒸餾水。

### 二) 測定手續

取100ml 測定盐酸中不溶物質含量时(參看第6条)所配制之热溶液, 加10%的氨水至呈硷性反应, 然后加草酸鉍 溶液 至鈣完全沉淀。将液体以水稀释至 250ml, 靜置4小时, 过滤, 收集125ml 滤液于鉍皿中, 置鉍皿于水浴上蒸发至干。在烘箱內于120°C 烘干, 然后在直接火上排除鉍盐, 最后輕微灼烧皿內沉淀。

冷却后, 以10 滴硫酸(比重1.84)及数 ml 水处理残渣, 先于水浴上蒸发, 随后小心地置直接火上, 直至硫酸烟排尽为止。

輕微灼烧沉淀后, 分两次加水, 每次2~3 ml, 于水浴上蒸发, 以10ml 水溶解沉淀, 过滤, 将滤液收集于已秤重量之皿中, 蒸发至干并小心灼烧。

如灼烧过残渣的重量不大于下列数值时, 則認為样品符合标准:

“分析純”.....2 mg

“純”.....5 mg

## 10. 硫化氢組重金属含量之測定

### 一) 需用試劑及溶液:

醋酸, ГОСТ 61—40。

醋酸鉛, ГОСТ 1027—41。

新配制硫化氢水溶液。

蒸餾水。

含鉛溶液——取1.831g 新重結晶化学純之醋酸鉛, 溶解于加有1 ml 冰醋酸之水中, 加水稀释至1, 取其5 ml 加水稀释至250ml。

1 ml 所配溶液中含有0.02mg 鉛, 溶液須在配制之当日使用。

### 二) 測定手續

秤取本样品 3 g秤准至0.01g, 加热溶解于30ml 30%的醋酸溶液中, 过滤, 并于20ml 滤液內加5 ml 新配制之硫化氢水溶液。

同时要配制标准溶液，标准溶液为同体积内含有23ml 30%醋酸溶液，5 ml 硫化氢水溶液及下列 Pb 量：

“化学純”.....0.02 mgPb

“純”.....0.04 mgPb

如試液所呈現之顏色經10分钟不深于标准溶液的顏色时，則認為样品符合标准。

#### 11. 鉄含量之測定

##### 一) 需用試剂及溶液：

硝酸，OCT HKTP 2689。

异戊醇，OCT HKTP 7670/662。

硫氰化鉍，OCT 5179，10%溶液。

硫酸，OCT HKTP 3575。

鉄鉍矾，OCT 2904。

蒸餾水。

含鉄溶液——取 0.8635 g 新重結晶化学純之鉄鉍矾溶解于水中，再加 4 ml 硫酸（比重 1.84），加水稀释至 1 l，取其 10ml 加水稀释至 100ml。

1 ml 溶液中含有 0.01mg 鉄。

##### 二) 測定手續

称取样品 2 g 精确至 0.02g，于沸騰时溶于 15ml 水与 10ml 硝酸（比重 1.15）之混合液中。冷却后过滤，移入 100ml 带磨口塞之量筒内。于量筒内加 10ml 异戊醇，10ml 10% 硫氰化鉍溶液，小心混合之。

同时应配制标准溶液，标准溶液为同体积内含有 4.5ml 硝酸，0.5ml 硫酸（比重 1.84），10ml 异戊醇，10ml 10% 硫氰化鉍及鉄量：

“化学純”.....0.01 mg 鉄

“純”.....0.02 mg 鉄

如試液中醇层所呈現之顏色不深于标准溶液的顏色时，則認為样品符合标准。

#### IV. 包装及标志

12. 将硫酸鈣包装于具有严密玻璃磨口塞或适当的严密木塞之玻璃瓶中。每瓶淨重自 250g 至 2 kg（間隔为 250g）。将軟木塞由下往上包以油用紙。塞上封以石腊，再包以油紙。

13. 在瓶上貼标签并注明：出品厂名称，試剂名称，品級（“化学純”或“純”），出品日期，淨重，分析項目及“ГОСТ 3210—46”。

#### 代 替：

OCT HKTP 2689 代替 ГОСТ 4461—48。

OCT HKTP 7396/550 代替 ГОСТ 4233—48。

OCT HKTP 7384/538 代替 ГОСТ 4232—48。

OCT 17374—40 代替 ГОСТ 4203—48。

OCT 5120 代替 ГОСТ 3769—47。

試 劑。 硫 酸 鈣

ГОСТ 3210—46

OCT 17403—38 代替 ГОСТ 3760—47。

OCT НКТП 3573 代替 ГОСТ 4204—48。

OCT 5179 代替 ГОСТ 3768—47。

OCT 2904 代替 ГОСТ 4205—48。

---

|                       |             |                          |
|-----------------------|-------------|--------------------------|
| 蘇聯部長會議<br><br>全蘇標準委員會 | 國 定 全 蘇 標 准 | ГОСТ 4530—48             |
|                       | 試 劑         | 代 替<br>ОСТ НКТП 6279/264 |
|                       | 碳 酸 鈣       | Л 5 1 組                  |

碳酸鈣為白色粉末；不溶于水。

分子式： $\text{CaCO}_3$ 。

分子量(根據1947年國際原子量)——100.09。

### 工. 技 術 條 件

#### 1. 礆性—

“分析純”樣品……………必須符合於第11條試驗；

“純”樣品……………不定。

#### 2. 容許雜質的最大含量，以%計：

| 雜 質 名 稱                  | “分 析 純” | “純”  |
|--------------------------|---------|------|
| (1) 鹽酸不溶物                | 0.01    | 0.03 |
| (2) 氯化物(Cl)              | 0.002   | 0.01 |
| (3) 硫酸鹽( $\text{SO}_4$ ) | 0.01    | 0.05 |
| (4) 硫化氫組重金屬(Pb)          | 0.002   | 0.01 |
| (5) 鐵(Fe)                | 0.005   | 0.01 |
| (6) 礆金屬(成硫酸鹽)            | 0.05    | 不定   |
| (7) 鎂及礆金屬(成硫酸鹽)          | 不定      | 1    |

### II. 取 樣

#### 3. 取樣按 ГОСТ 3885—47 進行之。

所取樣品總重不得少於0.2 kg。

### III. 測 定 方 法

#### 4. 鹽酸不溶物含量之測定

稱取25g 樣品，稱准至0.01g，置於燒杯中，以30ml 水濕潤之，然後將約70ml 鹽酸(ГОСТ 3118—46，比重1.12)分數次加入至樣品全部溶解，快完時將溶液加熱至沸騰。

將燒杯用表玻璃蓋上，在水浴上加熱一小時，然後在玻璃或瓷過濾坩堝上過濾。用熱水洗滌沉淀，並在 $105^\circ\sim 110^\circ\text{C}$ 乾燥至恒重。

如沉淀量不超過下列數值時，則認為樣品符合標準。

“分析純”樣品……………2.5 mg

“純”樣品……………7.5 mg

不含洗液的濾液加水至100ml，並保存以備下面試驗之用——溶液1(參看7，8及10條)。

|               |                   |           |
|---------------|-------------------|-----------|
| 化 學 工 業 部 提 出 | 全 蘇 標 准 委 員 會 批 准 | 實 施 日 期   |
|               | 1948年12月6日        | 1949年6月1日 |

## 試 劑。 碳 酸 鈣

ГОСТ 4530—48

## 5. 氯化物(Cl)含量之測定

## 一) 需用試劑及溶液:

硝酸, ГОСТ 4461—48, “化学純”, 比重1.15。

硝酸銀, ГОСТ 1277—41, 0.1 溶液。

蒸餾水。

含Cl<sup>-</sup>溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

## 二) 測定手續

称取 1 g 样品称准至 0.01 g, 以 10 ml 水湿润之, 并将約 4.5 ml 硝酸分数次小心加入至样品全部溶解。将溶液加热至沸騰, 再加入 1 ml 硝酸, 用經热水洗过的漏斗过滤, 并加入 1 ml 硝酸銀溶液。

如試液所呈现的乳色經 20 分钟不深于标准溶液所呈现的乳色时, 則認為样品符合标准。标准溶液为同体积中含有 1 ml 硝酸, 1 ml 硝酸銀溶液, 及下列 Cl 量:

“分析純”样品 ..... 0.02 mg Cl

“純”样品 ..... 0.1 mg Cl

6. 硫酸盐(SO<sub>4</sub>) 含量之測定

## 一) 需用試劑及溶液:

盐酸, ГОСТ 3118—46, 比重1.12。

氯化銀, ГОСТ 4108—48, 10 溶液。

蒸餾水。

## 二) 測定手續

称取 5 g 样品称准至 0.01 g, 以 20 ml 水湿润之, 并将約 14 ml 不含 SO<sub>4</sub> 的盐酸分数次小心加入至样品全部溶解。将溶液加热至沸騰, 再加入 1 ml 盐酸, 过滤, 并于滤液中加水稀释至 100 ml。加热至沸騰, 加入 5 ml 氯化銀溶液, 并靜置 18—20 小时。将沉淀过滤到瓷过滤坩堝中, 干燥, 并灼烧至恒重。

如灼烧沉淀的重量不超过下列数值时, 則認為样品符合标准:

“分析純”样品 ..... 1.2 mg

“純”样品 ..... 6 mg

注: 如盐酸含有 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, 必須做校对实验加以校正。

## 7. 硫化氢組重金屬(Pb)含量之測定

## 一) 需用試劑及溶液:

氨水, ГОСТ 3760—47, 10% 溶液。

冰醋酸, ГОСТ 61—40。

硫化氢水溶液, 按 ГОСТ 4517—48, 新配制的。

蒸餾水。

含 Pb<sup>++</sup> 溶液, 按 ГОСТ 4212—48 配制。

## 二) 測定手續

将 4 ml 溶液 1 (參看第 4 条) 放在錐形瓶中, 投入小块石蕊試紙作为指示, 再小心用氨水中和。

加0.5ml 醋酸使呈酸性，以水稀釋至 25ml，并加入 5 ml 硫化氫水溶液。

如試液所呈現的顏色，經10分鐘，不深于標準溶液所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準。標準溶液為同體積內含有同量醋酸，硫化氫水溶液及下列 Pb 量：

“分析純”樣品……………0.02 mg Pb

“純”樣品……………0.1 mg Pb

## 8. 鐵 (Fe) 含量之測定

### 一) 需用試劑及溶液：

硝酸，ГОСТ 4461—48，比重1.4。

硫氰化鉍，ГОСТ 3768—47，4 N 溶液。

異戊醇，ОСТ HKTP 7670/662。

蒸餾水。

含  $Fe^{+++}$  溶液，按 ГОСТ 4212—48 配制。

### 二) 測定手續

于 2 ml 溶液 1 (參看第 4 條) 中加入 10 ml 水及 0.5 ml 硝酸。將溶液加熱至沸騰，至冷卻後移入 50 ml 量筒 (帶磨口塞)。于量筒內的溶液中加 4 ml 硫氰化鉍溶液，10 ml 異戊醇，加水至 50 ml，并小心混勻。

如試液中異戊醇層所呈現的顏色不深于標準溶液中異戊醇層所呈現的顏色時，則認為樣品符合標準。標準溶液為同體積內含有同量硝酸，硫氰化鉍，異戊醇及下列 Fe 量：

“分析純”樣品……………0.025 mg Fe

“純”樣品……………0.05 mg Fe

## 9. 砷金屬(成硫酸鹽)含量之測定

### 一) 需用試劑及溶液：

氯化鉍，ГОСТ 3773—47，“化學純”。

鹽酸，ГОСТ 3118—46，比重1.19。

草酸，ОСТ 4104，4 % 溶液。

氨水，ГОСТ 3760—47，1:2 的溶液。

硫酸，ГОСТ 4204—48，比重1.84。

蒸餾水。

### 二) 測定手續

稱取 8 g 樣品稱准至 0.01 g，與 1 g 氯化鉍混勻。將此混合物放在蓋着的鉬坩堝中，坩堝放在石棉板的小孔上，用小火灼燒 15 分鐘至氮停止放出，然後在直接火焰上灼燒 45 分鐘。使坩堝容物冷卻，以熱水洗入鉬皿中，并加熱至熔融物全部溶解。冷卻後，將溶液與沉淀一起移入量筒中，加水至 120 ml，并過濾，收集 90 ml 濾液放錐形瓶中。于濾液中投入一小塊石蕊試紙后用鹽酸中和，再加入 5 ml 同樣之鹽酸，加熱至沸騰，并加入 50 ml 草酸溶液。冷卻後，將溶液慢慢地用氨中和，加水至 150 ml，并使澄清。經 4 小時後，濾出 100 ml 液體，放于鉬皿中，在水浴上蒸發至干。在 120°C 的烘箱中干燥殘渣，排除鉍鹽，先在沙浴上加熱，再以直接火加熱，最後輕微地灼燒。冷卻後，將殘渣以 10 滴硫酸及數 ml 水處理之，蒸發，然後小心地在直接火上加熱至硫酸煙消失。