

化学试剂标准 实用手册

无机试剂分册 (下)

关瑞宝 主编



 中国标准出版社

化学试剂标准实用手册

无机试剂分册

(下)

关瑞宝 主编

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

化学试剂标准实用手册. 无机试剂分册. 下/关瑞宝主编. —北京: 中国标准出版社, 2011

ISBN 978-7-5066-6145-4

I. ①化… II. ①关… III. ①化学试剂-标准-汇编-中国-手册②无机试剂-标准-汇编-中国-手册
IV. ①TQ421-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 046352 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 787×1092 1/16 印张 16.75 字数 304 千字

2011 年 6 月第一版 2011 年 6 月第一次印刷

*

定价 50.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533

编委会名单

主 编： 关瑞宝

副主编： 刘冬霓 强京林

编 者： （按姓氏汉语拼音排序）

程 东 程晓强 关庆荣 衡乃娟

李 健 李士敏 孙浩如 杨永跃

出 版 说 明

几十年来,随着化学工业的发展、科学技术的进步和标准化的要求,化学试剂国家标准、行业标准顺应发展的需要和市场需求不断制定、修订、调整和完善。为使读者对化学试剂标准的发展、标准品种和标准内容的演变有较全面的了解,编制了这套手册。

手册收集了 20 世纪 50 年代以来出版发行的化学试剂国家标准(GB)、行业标准(HG)和部颁标准(HGB)。其中未被新的标准所代替的老标准,作为化学试剂的产品标准,对新标准或企业标准的制定仍具有参考价值。

手册中列举了标准中相应的产品性质、规格和试验方法,此外还增加了产品用途、安全与储存的描述,部分标准增加了与国际、国外标准对比条款等。手册中对现行标准列出标准号,对早期标准保留原标准号,只是在标准号前加上“原”字。对标准中的错误或存疑的部分给出了注释,标为“见注”,并将更正或商榷的内容附于该项目后注解,以便于读者在应用时予以关注。

手册按化学试剂品种分册编写,分为无机试剂分册和有机试剂分册,其中无机试剂分册按品种类别分上、中、下三册。

无机试剂分册(下),共分四章。内容包括:单质、酸及其他试剂和基础标准。每章中收录的品种按汉语拼音排序。书后附有标准索引,以方便读者使用。

由于时间仓促,编者水平有限,书中的不妥之处,敬请读者指正,并将有关意见和建议发至 bzsysc@yahoo.cn。

编 者

2010 年 12 月

目 录

第二十七章 单 质

一 碘	1
二 汞	2
三 活性炭	4
四 还原铁粉	8
五 铅	10
六 硒	13
七 溴和溴水	16
(一) 溴	16
(二) 溴水	19
八 锡	21
(一) 锡(棒状)	21
(二) 锡(粒状)	25
九 无砷锌粒	28

第二十八章 酸

一 碘酸和高碘酸	32
(一) 碘酸	32
(二) 高碘酸	35
二 硅酸、氟硅酸和硅钨酸	37

(一) 硅酸	37
(二) 氟硅酸	39
(三) 硅钨酸	42
三 高氯酸	45
四 硫酸、发烟硫酸和亚硫酸	50
(一) 硫酸	50
(二) 发烟硫酸	55
(三) 亚硫酸	59
五 磷酸、磷钼酸和磷钨酸	61
(一) 磷酸	61
(二) 磷钼酸	68
(三) 磷钨酸	71
六 氯铂酸	73
七 钼酸	75
八 硼酸	77
九 氢碘酸	81
十 氢氟酸	84
十一 氢溴酸	88
十二 硝酸和发烟硝酸	92
(一) 硝酸	92
(二) 发烟硝酸	96
十三 盐酸	98
十四 亚硒酸	103

**第二十九章 其他试剂**

一	氨水	107
二	合金和混合物	112
	(一) 定氮合金	112
	(二) 爱斯卡混合剂	113
	(三) 碱石灰	115
三	氯化氧磷、三氯化磷和五氯化磷	117
	(一) 氯化氧磷	117
	(二) 三氯化磷	119
	(三) 五氯化磷	122
四	硅胶、30%过氧化氢和三氧化二砷	125
	(一) 硅胶	125
	(二) 30%过氧化氢	126
	(三) 三氧化二砷	130
五	联氨类	135
	(一) 硫酸联氨(硫酸胼)	135
	(二) 盐酸联氨(盐酸胼)	138
六	酸洗石棉	140
七	雷氏盐	142

第三十章 基础标准

一	溶液及制品的制备	143
	(一) 标准滴定溶液的制备	143
	(二) 杂质测定用标准溶液的制备	168
	(三) 试验方法中所用制剂	

	及制品的制备	180
(四)	标准玻璃乳浊液和澄清度标准	194
(五)	分析实验室用水规格和试验方法	196
二	通则	202
	(一) pH 值测定通则	202
	(二) 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)	206
	(三) 火焰原子吸收光谱法通则	211
	(四) 电位滴定法通则	218
	(五) 阳极溶出伏安法通则	223
三	通用方法	229
	(一) 蒸发残渣测定通用方法	229
	(二) 灼烧残渣测定通用方法	230
	(三) 水不溶物测定通用方法	232
	(四) 酸度和碱度测定通用方法	233
	(五) 色度测定通用方法	235
	(六) 硫酸盐测定通用方法	237
	(七) 硅酸盐测定通用方法	238
	(八) 磷酸盐测定通用方法	240
	(九) 重金属测定通用方法	242

(十) 溶剂萃取-原子吸收 光谱法测定金属杂 质通用方法.....	243	(十四) 砷测定通用 方法.....	250
(十一) 铵测定通用 方法.....	245	(十五) 总氮量测定通用 方法.....	253
(十二) 铝测定通用 方法.....	246	(十六) 氯化物测定通用 方法.....	254
(十三) 铁测定通用 方法.....	248	附录 标准索引	256

第二十七章 单 质

本章收录 11 种单质标准。所列举的标准,其规格和试验方法完全等同引用,为便于使用和参考,各节在编写上按统一规范调整。试验方法中所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601~GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,固体样品均按精确至 0.01 g 称量,液体样品均按精确至 0.1 mL 量取,特殊情况按其规定重点指出。所用溶液以%表示的均为质量分数。

一 碘

英文名称:Iodine

分子式: I_2

相对分子质量:253.81

1 性质

本试剂为灰黑色具有金属光泽的片状结晶,易溶于乙醇、醚、三氯甲烷、二硫化碳及碱金属的碘化物溶液中,难溶于水。

2 规格

规格(GB/T 675—1993)见表 27-1。

表 27-1 碘规格

名 称	分析纯	化学纯
$I_2, w/\%$	≥ 99.8	≥ 99.5
蒸发残渣, $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.02
氯及溴(以 Cl 计), $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.01

3 试验方法

3.1 含量

于具塞锥形瓶中,加入 5 mL 水及 2 g 碘化钾,称量,加 0.4 g 样品,盖紧瓶塞再称量,两次称量均精确至 0.000 1 g,摇动至样品溶解,稀释至 50 mL,加 4 mL 硫酸溶液(20%),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时,加 3 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。



碘的质量分数 w , 数值以 % 表示, 按下式计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100$$

式中:

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——碘摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\frac{1}{2}I_2) = 126.90$];

m ——样品质量的数值, 单位为克(g)。

3.2 蒸发残渣

称取 20 g 样品, 均匀地分布在已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒量的蒸发皿中, 按 GB/T 9740 的规定测定。

3.3 氯及溴

称取 0.2 g 样品, 置于 20 mL 硫酸联氨溶液(6 g/L)中, 在水浴上加热至样品完全溶解。用氢氧化钠溶液(40 g/L)中和, 加 0.5 mL “30% 过氧化氢”及 0.2 mL 磷酸, 加热赶尽碘蒸气至溶液无色, 冷却, 稀释至 20 mL 后, 按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量氯化物的标准溶液:

分析纯 0.01 mg Cl ;

化学纯 0.02 mg Cl 。

加 20 mL 硫酸联氨溶液(6 g/L), 与溶解后的样品同时同样处理。

4 用途

容量分析试剂。消毒剂。

5 安全与贮存

有腐蚀性。于阴凉干燥处密封贮存。

6 标准说明

GB/T 675—1993 标准参照采用国际标准 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂——第 3 部分; 规格——第二批》中 R68“碘”。

GB/T 675 标准于 1965 年首次发布, 1977 年第一次修订。

二 汞

英文名称: Mercury

元素符号: Hg

相对原子质量:200.59

1 性质

本试剂为银白色有光泽的液状金属,具有挥发性,其蒸气有毒。密度(20℃)13.59 g/mL,结晶点为-39℃,沸点为357℃。

2 规格

规格(HG/T 3471—2000)见表 27-2。

表 27-2 汞规格

名 称	分 析 纯
外观	合格
澄清度试验	合格
灼烧残渣, w/%	≤0.001
铁(Fe), w/%	≤0.000 05
其他重金属(以 Pb 计), w/%	≤0.000 05

3 试验方法

3.1 外观

样品表面应有光泽,无不洁物及薄膜。

3.2 澄清度试验

称取 10 g 样品,加 100 mL 硝酸溶液(25%),在水浴上加热溶解。其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的 1 号澄清度标准。

3.3 灼烧残渣

按图 27-1 所示,连接灼烧汞盐装置。

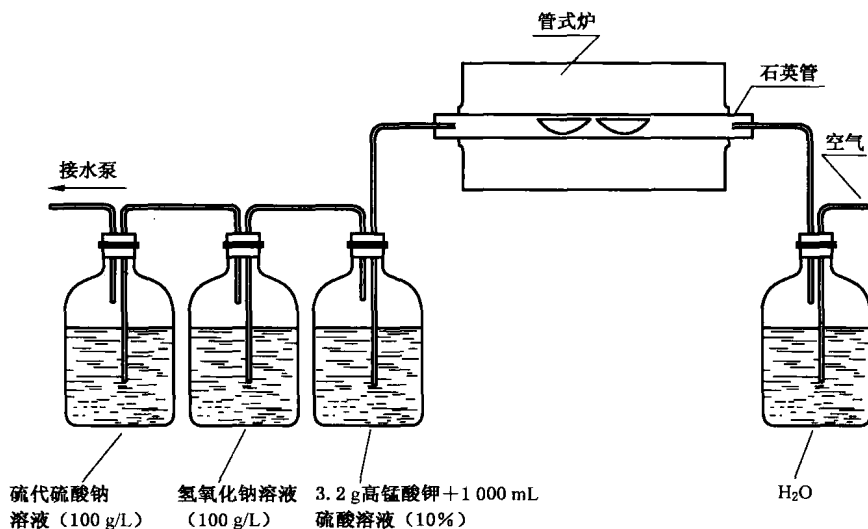


图 27-1 灼烧汞盐装置



称取 100 g 样品,置于已在 $450\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒量的蒸发皿中,在管式炉中缓缓加热至主体逸尽,并于 $450\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒量。结果按 GB/T 9741—1988 中第 5 章计算(保留残渣,用于铁的测定)。

3.4 铁

3.4.1 试验溶液的制备

在测定灼烧残渣后的残渣中,加 3mL 盐酸及 1mL 硝酸,在水浴上蒸干,残渣溶于 1 mL 盐酸溶液(10%)及适量热水中,冷却,稀释至 50 mL。

3.4.2 测定方法

取 5 mL 试验溶液,稀释至 15 mL,用氨水溶液(10%)将溶液 pH 值调至 2 后,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.005 mg 的铁(Fe)标准溶液,稀释至 15 mL,用盐酸溶液(10%)将溶液 pH 值调至 2,与调节后的试液同时同样处理。

3.5 其他重金属

取 20 mL 试验溶液,(3.4.1)用氨水溶液(10%)中和,稀释至 40 mL,加 0.2 mL 乙酸溶液(30%)及 10 mL 新制备的饱和硫化氢水,摇匀,放置 10 min。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.02 mg 的铅(Pb)标准溶液,加 0.4 mL 盐酸溶液(10%),稀释至 20 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

4 用途

汞盐和汞齐的制造。还原剂。用于仪表工业。

5 安全与贮存

有毒。于阴凉处密封保存。

6 标准说明

HG/T 3471—2000 是在 HG/T 3471—1977《化学试剂 汞》的基础上修订的。

HG/T 3471—2000 标准给出了分析纯一个级别,与前版标准相比差异为:“铁”的测定方法用 1,10-菲啰啉法代替硫氰酸铵法;“澄清度试验”、“铁”和“灼烧残渣”采用化学试剂通用试验方法标准。

HG/T 3471 标准于 1960 年首次发布,1977 年第一次修订。

三 活性炭

英文名称:Charcoal activated

1 性状

本试剂为黑色粉末,无嗅,无味,不溶于任何溶剂。对各种气体有选择性的

吸附能力。

2 规格

规格(HG/T 3491—1999)见表 27-3。

表 27-3 活性炭规格

名 称	分析纯	化学纯
亚甲基蓝吸附量	合格	合格
pH 值(50 g/L 溶液, 25 °C)	5.0~7.0	4.5~7.5
乙醇溶解物, $w/\%$	≤ 0.2	≤ 0.2
盐酸溶解物, $w/\%$	≤ 0.8	≤ 2.0
干燥失量, $w/\%$	≤ 10.0	≤ 15.0
灼烧残渣(以硫酸盐计), $w/\%$	≤ 2.0	≤ 3.0
氯化物(Cl), $w/\%$	≤ 0.025	≤ 0.10
硫化合物(以 SO_4 计), $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.15
铁(Fe), $w/\%$	≤ 0.02	≤ 0.10
锌(Zn), $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.10
重金属(以 Pb 计), $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.01

3 试验方法

3.1 亚甲基蓝吸附量

称取 0.2 g 测定干燥失量后的样品,加下列数量的亚甲基蓝溶液(1 g/L):

分析纯 30.0 mL;

化学纯 24.0 mL。

用力振摇 15 min,放置 20 min,过滤,滤液颜色不得深于同体积标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 1 mL 亚甲基蓝溶液(1 g/L),稀释至 1 000 mL,取与滤液相同的体积,比色。

3.2 pH 值

称取 2.5 g 样品,加 50 mL 无二氧化碳的水,煮沸 5 min,冷却,过滤,用少量无二氧化碳的水洗涤,合并滤液及洗液,用无二氧化碳的水稀释至 50 mL(溶液 I),取 30 mL 按 GB/T 9724 的规定测定。

3.3 乙醇溶解物

称取 2 g 样品,加 40 mL 乙醇,在水浴中回流 5 min,冷却,过滤,滤渣用少量



乙醇洗涤,合并滤液及洗液,置于已在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒量的蒸发皿中,在水浴上蒸干,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。残渣质量不得大于 4.0 mg 。

3.4 盐酸溶解物

称取 1 g 样品,加 20 mL 水及 5 mL 盐酸,煮沸 5 min ,过滤,滤渣用热水洗涤,合并滤液及洗液,置于已在 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒量的蒸发皿中,在水浴上蒸干,于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。残渣质量不得大于:

分析纯 8.0 mg ;

化学纯 20.0 mg 。

3.5 干燥失量

称取 1 g 样品,精确至 0.0001 g ,置于已在 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒量的称量瓶中,于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒量。

干燥失量的质量分数 w ,以%表示,按下式计算:

$$w = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100$$

式中:

m_1 ——干燥前样品质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥至恒量后样品质量的数值,单位为克(g)。

3.6 灼烧残渣

称取 0.5 g 样品,按 GB/T 9741—1988 中 4.1 的规定测定。结果按 GB/T 9741—1988 中第 5 章的规定计算。

3.7 氯化物

取 4 mL 溶液 I (3.2),稀释至 50 mL ,取 20 mL (化学纯取 10 mL 稀释至 20 mL),按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯 0.02 mg Cl ;

化学纯 0.04 mg Cl 。

稀释至 20 mL ,与同体积试液同时同样处理。

3.8 硫化合物

称取 0.5 g 样品,加 2 mL 无水碳酸钠溶液(50 g/L)、 15 mL 水及 2 滴“30% 过氧化氢”,煮沸 10 min ,冷却过滤,洗涤,合并滤液及洗液,用盐酸溶液(20%)中和,稀释至 50 mL 。取 3 mL 稀释至 20 mL ,加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

分析纯 0.030 mg SO₄;

化学纯 0.045 mg SO₄。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

3.9 铁

称取 1 g 样品,加 15 mL 盐酸溶液(5%),稀释至 25 mL,煮沸 5 min,冷却,过滤,洗涤,合并滤液及洗液,稀释至 50 mL(溶液 II)。取 1 mL,稀释至 15 mL 后,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

分析纯 0.004 mg Fe;

化学纯 0.020 mg Fe。

稀释至 15 mL,与同体积试液同时同样处理。

3.10 锌

按 GB/T 9723 的规定测定。

3.10.1 仪器条件

光源:锌空心阴极灯;

波长:213.9 nm;

火焰:乙炔-空气。

3.10.2 测定方法

取 5 mL 溶液 II(3.9),稀释至 100 mL,取 20 mL,共 4 份,按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

3.11 重金属

称取 1 g 样品,加 15 mL 盐酸溶液(20%)及 5 mL 溴水,煮沸 5 min,过滤,用 50 mL 热水洗涤,合并滤液及洗液,在水浴上蒸干,残渣加 3 mL 乙酸溶液(5%),于水浴上温热溶解(必要时过滤),稀释至 50 mL。取 10 mL,加 0.2 mL 乙酸溶液(30%)后,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铅标准溶液:

分析纯 0.01 mg Pb;

化学纯 0.02 mg Pb。

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

4 用途

吸附剂。脱色剂。粒状可用作催化剂的载体。

5 安全与贮存

密封保存。



6 标准说明

HG/T 3491—1999 是在 HG/T 3491—1980《化学试剂 活性炭》的基础上修订的。与前版标准相比差异如下：

——“吸附力”名称改为“亚甲基蓝吸附量”；“水溶液反应”名称改为“pH 值”；取消了“锌”试验方法中并列的化学分析法。

——除“亚甲基蓝吸附量”、“乙醇溶解物”、“盐酸溶解物”和“干燥失量”外，其他项目采用化学试剂通用试验方法标准。

HG/T 3491 标准于 1962 年首次发布，于 1980 年第一次修订。

四 还原铁粉

英文名称：Iron powder reduced

元素符号：Fe

相对原子质量：55.84

1 性质

本试剂为灰黑色粉末。溶于稀酸，不溶于浓酸、稀碱溶液。露置于潮湿空气中或遇水易氧化。

2 规格

规格(HG/T 3473—2003)见表 27-4。

表 27-4 还原铁粉规格

名 称	分析纯	化学纯
Fe, w/%	≥98.0	≥97.0
水溶物, w/%	≤0.03	≤0.1
硫酸不溶物, w/%	≤0.1	≤0.5
硫化合物(以 SO ₄ 计), w/%	≤0.06	≤0.15
总氮量(N), w/%	≤0.005	≤0.01
铜(Cu), w/%	≤0.005	≤0.02

3 试验方法

3.1 含量

称取 0.2 g 样品，精确至 0.000 1 g。置于碘量瓶中，加 30 mL 水及 20 mL 盐酸，滴加 5 mL “30% 过氧化氢”至样品完全溶解。煮沸至过氧化氢分解完全，冷却，加 3 g 碘化钾，摇匀。于暗处放置 30 min。加 100 mL 水(温度不超过 10 ℃)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定，近终点时，