

化学工业 标准汇编

无机化工产品卷
单质和氧化物分册

中国石油和化学工业协会
全国化学标准化技术委员会无机化工分会
中国标准出版社第二编辑室
编



 中国标准出版社

化学工业标准汇编

无机化工产品卷

单质和氧化物分册

中国石油和化学工业协会
全国化学标准化技术委员会无机化工分会 编
中国标准出版社第二编辑室

中国标准出版社

北京

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工业标准汇编. 无机化工产品卷. 单质和氧化物
分册/中国石油和化学工业协会, 全国化学标准化技术
委员会无机化工分会, 中国标准出版社第二编辑室编.

北京: 中国标准出版社, 2010

ISBN 978-7-5066-5519-4

I. 化… II. ①中…②全…③中… III. ①化学工业-
标准-汇编-中国②无机化工-化工产品-标准-汇编-中国
IV. TQ-65 TQ110.7-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 222887 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 880×1230 1/16 印张 25.75 字数 744 千字

2010 年 1 月第一版 2010 年 1 月第一次印刷

*

定价 135.00 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

出版说明

《化学工业标准汇编 无机化工产品卷》分4册出版,分别是:

单质和氧化物分册;

酸和碱分册;

盐分册(上);

盐分册(下)。

本分册是单质和氧化物分册,收录了截至2009年8月底批准发布的现行有效的化学工业无机化工产品中单质、氧化物和其他无机化工原料的国家标准和行业标准40项,其中国家标准12项,行业标准28项。

本汇编收集的国家标准的属性已在目录上标明(GB或GB/T),年代号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本汇编目录中,凡标准名称用括号注明原国家标准号的行业标准,均由国家标准转化而来,这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业号,正文内容完全不变),故本汇编中正文部分仍为国家标准。与此类似的专业标准转化为行业标准的情况也照此处理。

本汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位以及技术术语存在不尽相同的地方。本次汇编只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处作了更正。

标准号中括号内的年代号,表示在该年度确认了该标准,但没有重新出版。

编 者

2009年9月

目 录

一、单 质

GB 1610—2009	工业铬酸酐	3
GB 4947—2003	工业赤磷	17
GB 5138—2006	工业用液氯	25
GB 7816—1998	工业黄磷	36
GB 22379—2008	工业金属钠	43
HG/T 2354—1992	薄层层析硅胶	55
HG/T 2521—2008	工业硅溶胶	63
HG/T 2525—1993(2004)	橡胶用不溶性硫磺	71
HG/T 2765.1—2005	A 型硅胶(细孔硅胶)	79
HG/T 2765.2—2005	C 型硅胶(粗孔硅胶)	87
HG/T 2765.3—2005	微球硅胶	91
HG/T 2765.4—2005	蓝胶指示剂、变色硅胶和无钴变色硅胶	95
HG/T 2765.5—2005	硅胶试验方法	101
HG/T 2765.6—2005	B 型硅胶	115

二、氧 化 物

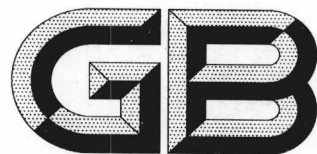
GB 1616—2003	工业过氧化氢	125
GB/T 2449—2006	工业硫磺	135
GB/T 3637—1993	液体二氧化硫	161
GB/T 19591—2004	纳米二氧化钛	169
GB/T 23855—2009	液体三氧化硫	179
HG/T 2325—2004	电子工业用粒状一氧化铅	187
HG/T 2572—2006	工业活性氧化锌	199
HG/T 2573—2006	工业轻质氧化镁	211
HG/T 2574—1994(2004)	工业氧化铁	224
HG/T 2679—2006	工业重质氧化镁	239
HG/T 2769—1996	软磁铁氧体用氧化镁	246
HG/T 2773—2004	二氧化锆	251
HG/T 2775—1996	工业三氧化二铬	266
HG/T 2834—1997	软磁铁氧体用氧化锌	272
HG/T 2835—1997(2007)	软磁铁氧体用四氧化三锰	279
HG/T 2961—1999	工业氧化亚铜	288
HG/T 3258—2001	工业二氧化硫脲	300
HG/T 3927—2007	工业活性氧化铝	307
HG/T 3928—2007	工业活性轻质氧化镁	319

三、其他无机化工原料

GB/T 12022—2006	工业六氟化硫	335
GB/T 23851—2009	道路除冰融雪剂	351
HG/T 2569—2007	活性白土	363
HG/T 2571—2006	抛光膏	371
HG/T 2825—1997(2007)	颗粒白土	378
HG/T 3259—2004	工业水合肼	387
HG/T 3259—2004《工业水合肼》化工行业标准第 1 号修改单		395
HG/T 3736—2004	工业盐酸羟胺	397

一、单质





中华人民共和国国家标准

GB 1610—2009
代替 GB/T 1610—1999

工业铬酸酐

Chromium trioxide for industrial use

2009-06-02 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准第7章、第8章、9.2、9.3为强制性,其余为推荐性。

本标准修改采用 ISO 2548:1977(1992 第三次修改)《工业铬酸酐》。

考虑到我国国情,在采用 ISO 2548:1977(1992 第三次修改)《工业铬酸酐》时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。技术性差异、结构性差异及其原因参见附录 A 及附录 B。

本标准代替 GB/T 1610—1999《工业铬酸酐》。

本标准与 GB/T 1610—1999 相比,主要变化如下:

——本标准由推荐性改为强制性。

——提高了铬酸酐主含量、硫酸盐含量、水不溶物、钠含量指标要求,增加浊度的要求(1999 版 3.2, 本版 4.2)。

——试验方法中铬酸酐含量的测定中增加了电位滴定法(本版 5.4.2)。

——试验方法中硫酸盐含量的测定中增加了离子色谱法和重量法(本版 5.4.1、5.4.2)。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:四川安县银河建化集团有限公司、中海油天津化工研究设计院、甘肃锦世化工有限责任公司、黄石振华化工有限公司。

本标准主要起草人:李霞、张国庆、谢友才、韩登仑、陈小红。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 1610—1979、GB/T 1610—1989、GB/T 1610—1999。

工业铬酸酐

1 范围

本标准规定了工业铬酸酐的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业铬酸酐。该产品主要用于电镀、氧化剂、催化剂、木材防腐剂、制三氧化二铬等铬盐产品及试剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 325—2000 包装容器 钢桶

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12463—1990 危险货物运输包装通用技术条件

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子量

分子式: CrO_3

相对分子质量: 99.99(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观: 紫红色片状物或颗粒物。

4.2 工业铬酸酐应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
铬酸酐(CrO_3)(以干基计), $w/\%$	≥ 99.8	99.6	99.2
硫酸盐(以 SO_4 计), $w/\%$	≤ 0.05	0.10	0.20
水不溶物, $w/\%$	≤ 0.01	0.03	0.05
钠(Na), $w/\%$	≤ 0.04	—	—
浊度/NTU	≤ 5	15	—

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的试剂具有毒性、腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

5.4 铬酸酐含量的测定

5.4.1 容量法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

在酸性介质中,试样中的六价铬离子与二价铁离子发生氧化还原反应,以邻苯氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 磷酸;

5.4.1.2.2 硫酸溶液:1+4;

5.4.1.2.3 硫酸溶液:1+7;

5.4.1.2.4 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.2 \text{ mol/L}$;

配制:称取约 80 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 300 mL 硫酸溶液(5.4.1.2.3)中,再加入 700 mL 水,摇匀。此溶液使用前标定。

标定:称取 0.37 g 研细并于 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的基准重铬酸钾,精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 水溶解。加入 15 mL 硫酸溶液(5.4.1.2.2),5 mL 磷酸,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈黄绿色。加入 1 mL 邻苯氨基苯甲酸指示液,继续滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。

计算:硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度 c ,数值以 mol/L 表示,按式(1)计算:

$$c = \frac{m}{(V/1\,000) \times M} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——基准重铬酸钾的质量的数值,单位为克(g);

M ——重铬酸钾($\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.03$)。

5.4.1.2.5 邻苯氨基苯甲酸指示液:1 g/L。

5.4.1.3 仪器、设备

5.4.1.3.1 称量瓶: $\Phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$;

5.4.1.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 、 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.4.1.4 分析步骤

5.4.1.4.1 试验溶液 A 的制备

于称量瓶中快速称取约 5 g 预先于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的试样,精确至 0.000 1 g,加水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于铬酸酐含量及钠含量

的测定。

5.4.1.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A 置于 500 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 水,15 mL 硫酸溶液(5.4.1.2.2),5 mL 磷酸,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈黄绿色。加入 1 mL 邻苯氨基苯甲酸指示液,继续滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。

5.4.2 电位滴定法

5.4.2.1 方法提要

将试样溶于水,在酸性介质中,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液进行滴定,以电位变化率最大点确定反应终点,求出三氧化铬含量。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 硫酸溶液:1+1;

5.4.2.2.2 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.2 \text{ mol/L}$;

配制:同 5.4.1.2.4 中配制。

标定:称取 0.37 g 研细并于 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的基准重铬酸钾,精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 的烧杯中,加水至 400 mL,加入 40 mL 硫酸溶液。将烧杯放在磁力搅拌器上。插入铂电极和甘汞电极,进行搅拌,控制搅拌速度避免溶液溅出。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至黄色消失后,继续进行微量滴定。电位变化率最大的点即为滴定终点。

计算:同 5.4.1.2.4 中计算。

5.4.2.3 仪器、设备

5.4.2.3.1 称量瓶: $\Phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$;

5.4.2.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$;

5.4.2.3.3 磁力搅拌器;

5.4.2.3.4 指示电极:铂电极;

5.4.2.3.5 参比电极:甘汞电极;

5.4.2.3.6 自动电位滴定仪。

5.4.2.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 500 mL 的烧杯中,加水至 400 mL,加入 40 mL 硫酸溶液。将烧杯放在磁力搅拌器上。插入铂电极和甘汞电极,并进行搅拌,控制搅拌速度避免溶液溅出。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至黄色消失后,继续进行微量滴定,电位变化率最大的点即为滴定终点。

5.4.3 结果计算

铬酸酐含量以铬酸酐(CrO_3)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{V/1\,000 \times c \times M}{m \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——5.4.1.4.1 中称取的试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——铬酸酐($\frac{1}{3}\text{CrO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=33.33$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.2%。

5.5 硫酸盐含量的测定

5.5.1 重量法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

在酸性条件下,用乙醇将样品中 Cr^{6+} 还原为 Cr^{3+} ,过滤后在滤液中加入氯化钡溶液,样品中硫酸盐

与钡离子生成硫酸钡沉淀。然后经过滤、洗涤、灼烧、称量,确定硫酸盐含量。

5.5.1.2 试剂

5.5.1.2.1 硫酸;

5.5.1.2.2 95%乙醇;

5.5.1.2.3 盐酸溶液:3+7;

5.5.1.2.4 乙酸溶液:1+1;

5.5.1.2.5 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L;

5.5.1.2.6 硝酸银溶液:17 g/L;

5.5.1.2.7 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸根(SO_4)0.20 mg;

配制:用移液管移取 50 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.2.8 二苯基偶氮碳酰肼指示液:2 g/L。

称取二苯基偶氮碳酰肼($\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}$)0.2 g,溶于 50 mL 丙酮中,加水稀释至 100 mL,摇匀。贮于棕色瓶,置于冰箱中。颜色变深后,不能使用。

5.5.1.3 仪器、设备

高温炉:温度可控制在 $700\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.5.1.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 500 mL 烧杯中。加 100 mL 水溶解,加入 50 mL 硫酸盐标准溶液及 100 mL 盐酸溶液,加热,在搅拌下滴加约 25 mL 乙醇,于沸水浴中加热保温 30 min。如还原不完全,再补加乙醇(用二苯基偶氮碳酰肼检验是否还原完全¹⁾)。用中速定性滤纸过滤,用热水洗涤至滤纸无绿色。滤液及洗水收集于 500 mL 烧杯中,用水稀释至约 300 mL,加热煮沸。在微沸状态下,边搅拌边慢慢加入 50 mL 氯化钡溶液,20 mL 乙酸溶液及预先准备好的少许定量滤纸纸浆,充分搅拌约 2 min。在水浴上加热 30 min,保温 2 h 或在室温下放置 8 h。沉淀用慢速定量滤纸过滤,用热水充分洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。

将滤纸及沉淀置于预先于 $700\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,在电炉上低温灰化,取下。冷却后加 1 滴硫酸,在电炉上加热至白烟冒尽,移入 $700\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉中灼烧至质量恒定。

同时做空白试验,除不加试料外,其他加入的试剂量与试验溶液的完全相同,并与试料同时同样处理。

5.5.1.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸盐(SO_4)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{0.4116 \times (m_2 - m_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——空白试验中沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

0.4116——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.005%。

5.5.2 离子色谱法

5.5.2.1 方法提要

用水溶解试样后,用水合肼将六价铬还原为三价铬,将沉淀分离除去,注入离子色谱仪中测定。

1) 取 1 滴试液,加入 1 滴二苯基偶氮碳酰肼指示液,若不出现紫红色,则还原完全。

5.5.2.2 试剂和材料

5.5.2.2.1 水合肼:1+10;

量取 10 mL 水合肼(85%)与 100 mL 水混匀。

5.5.2.2.2 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.05 mg;

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.5.2.2.3 一级水:符合 GB/T 6682—2008 中规定。

5.5.2.3 仪器、设备²⁾

5.5.2.3.1 离子色谱仪;

5.5.2.3.2 样品前处理柱:氢柱;

5.5.2.3.3 0.22 μm 水性微孔滤膜过滤器;

5.5.2.3.4 高速离心机:配有 100 mL 离心管。

5.5.2.4 仪器参考条件

5.5.2.4.1 色谱柱:IonPac AS11-HC 250 mm $\times$ 4 mm (带 IonPac AG11-HC 50 mm $\times$ 4 mm 保护柱)或相当者;

5.5.2.4.2 抑制器:ASRS ULTRA II,自循环电抑制或相当者;

5.5.2.4.3 检出器:电导检测器,若能确认有同样功能的其他检出器也可使用;

5.5.2.4.4 淋洗液,氢氧化钾梯度淋洗液(初始浓度 5 mmol/L,终点浓度 40 mmol/L)种类和浓度不同的其他淋洗液,若能确认有上面同样功能,都可以使用。

5.5.2.4.5 淋洗液流量:1.0 mL/min;

5.5.2.4.6 进样器:0.025 mL。

5.5.2.5 分析步骤

5.5.2.5.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 硫酸盐标准溶液置于 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。溶液的浓度分别为 0 mg/mL、0.005 mg/mL、0.010 mg/mL、0.015 mg/mL、0.020 mg/mL、0.025 mg/mL,将此系列标准溶液分别经过 0.22 μm 的微孔滤膜过滤器,舍弃初始的 10 mL 滤液,过氢柱后直接进入离子色谱仪。以硫酸盐浓度为横坐标,峰高或峰值面积为纵坐标绘制工作曲线。

5.5.2.5.2 试样的测定

称取约 1 g 试样,准确至 0.01 g。溶于 50 mL 水中,在电磁搅拌下逐滴加入 10 mL 水合肼溶液,继续搅拌 40 min 后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。将溶液置于离心管中,高速离心 10 min,将上清液经过 0.22 μm 的微孔滤膜过滤器,舍弃初始的 10 mL 滤液,过氢柱后直接进入离子色谱仪。根据峰高或峰面积,在工作曲线上查出硫酸盐浓度。

同时做空白试验,除不加试料外,其他加入的试剂量与试验溶液的完全相同,并与试料同时同样处理。

5.5.2.6 结果计算

硫酸盐含量以硫酸盐(SO_4)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(c_1 - c_0)/1\,000}{m/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c_1 ——由工作曲线上查得的样品溶液中硫酸根的浓度的数值,单位为 mg/mL;

2) 所列仪器及配置仅供参考,同等性能仪器及配置均可使用。

c_0 ——由工作曲线上查得的空白溶液中硫酸根的浓度的数值,单位为 mg/mL;

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.005%。

5.5.3 目视比浊法

5.5.3.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸盐与钡离子生成难溶的硫酸钡沉淀,当硫酸盐离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液混浊,与硫酸盐的标准比浊溶液进行目视比浊测定。

5.5.3.2 试剂

5.5.3.2.1 盐酸溶液:1+1;

5.5.3.2.2 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L;

5.5.3.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.05 mg;

配制:用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.5.3.2.4 不含硫酸盐的铬酸酐溶液:1 mL 溶液含铬酸酐(CrO_3)0.05 g。

称取 50.0 g $\pm$ 0.1 g 工业铬酸酐,置于 500 mL 烧杯中,加入 300 mL 水溶解,加热至沸,加入 4 g 氯化钡,保持沸腾 10 min,静置过夜,用玻璃砂坩埚抽滤,滤液移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.5.3.3 仪器、设备

玻璃砂坩埚:孔径 5 μm ~15 μm 。

5.5.3.4 分析步骤

5.5.3.4.1 测定

称取 12.50 g $\pm$ 0.01 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解。加热至沸后,再微沸 10 min,取出冷至室温。转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用慢速定性滤纸干过滤,弃去初始 50 mL 滤液,用移液管移取 5 mL 滤液,置于 50 mL 的比色管中,加入 5 mL 盐酸溶液、5 mL 氯化钡溶液,摇匀。用水稀释至刻度,摇匀。在 30 $^{\circ}\text{C}$ ~40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中放置 30 min。其浊度不大于硫酸盐标准比浊溶液。

5.5.3.4.2 硫酸盐标准比浊溶液的制备

分别用移液管加入 5 mL 不含硫酸根的铬酸酐溶液于三只 50 mL 比色管中,分别向比色管中移入 2.50 mL(优等品)、5.00 mL(一等品)、10.00 mL(合格品)硫酸盐标准溶液,以下同 5.5.3.4.1 中“加入 5 mL 盐酸溶液……水浴中放置 30 min。”

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 方法提要

试样用水溶解后,过滤、洗涤、干燥至质量恒定。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 玻璃砂坩埚:孔径 5 μm ~15 μm ;

5.6.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 $^{\circ}\text{C}$ $\pm$ 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.3 分析步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 300 mL 水,盖上表面皿,加热至沸。在沸水浴中保温 1 h。用预先烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤至滤液无色。将玻璃砂坩埚连同水不溶物于 105 $^{\circ}\text{C}$ $\pm$ 2 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定。

5.6.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚与水不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.002%。

5.7 钠含量的测定

5.7.1 方法提要

将试样溶解,采用原子吸收分光光度法在 589 nm 波长下用标准加入法测定钠含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.7.2.2 二级水:符合 GB/T 6682—2008 规定。

5.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

分别移取 5 mL 试验溶液 A(5.4.1.4.1),置于四个 100 mL 容量瓶中,在各容量瓶中分别移入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 钠标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,于波长 589 nm 处,空气-乙炔火焰,用水调零,测定其吸光度。

以试验溶液中加入钠的含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中钠含量。

5.7.5 结果计算

钠含量以钠(Na)质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{m_1/1\,000}{m \times 5/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——5.4.1.4.1 中称取的试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.003%。

5.8 浊度的测定

5.8.1 方法提要

将样品溶解,用散射光原理的浊度仪测定浊度。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 标准浊度贮备液

溶液 A:称取 10.00 g±0.01 g 六次甲基四胺,用水溶解,稀释至 100 mL。

溶液 B:称取 1.000 g±0.001 g 硫酸联氨,用水溶解,稀释至 100 mL。

用移液管移取 5 mL 溶液 A 和 5 mL 溶液 B,置于 100 mL 容量瓶,混匀,在 25℃±3℃下放置 24 h,然后用水稀释至 100 mL。此溶液的浊度为 400 NTU。

该溶液在 25℃±3℃阴暗处贮存,稳定期四周。

5.8.2.2 标准浊度溶液:10 NTU;

用移液管移取 25 mL 贮备液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液稳定期为一周。