

ICS 71.040.30

G 62

备案号:

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3439—2014

代替 HG/T 3439—2000

---

### 化 学 试 剂 二水合重铬酸钠(重铬酸钠)

Chemical reagent—Sodium dichromate dihydrate(sodium dichromate)

2014-12-31 发布

2015-06-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3439—2000《化学试剂 重铬酸钠》，与 HG/T 3439—2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 标准名称改为“化学试剂 二水合重铬酸钠（重铬酸钠）”；
- 增加了镁、钾的两项规格及测定方法（见 4、5.6、5.8）；
- 修改了硫酸盐、铝及铁的测定方法（见 5.5、5.7、5.10，2000 年版的 5.4、5.5、5.7）；
- 完善了钙的测定方法（见 5.9，2000 年版的 5.6）；
- 调整了包装及标志（见 7，2000 年版的 7）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会（SAC/TC63/SC3）归口。

本标准起草单位：广东光华科技股份有限公司、北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人：王身连、张晓滨、林楚卿、周一朗、张志斌、韩宝英、王玉华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HGB 3164—1960、HG/T 3439—1976、HG/T 3439—2000。

## 化学试剂

### 二水合重铬酸钠（重铬酸钠）

**警告：**本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况，使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

#### 1 范围

本标准规定了“化学试剂 二水合重铬酸钠（重铬酸钠）”的性状、规格、试验、检验规则、包装及标志。

本标准适用于“化学试剂 二水合重铬酸钠（重铬酸钠）”的检验。

分子式： $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：298.00（根据 2007 年国际相对原子质量）

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备  
GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备  
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备  
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法  
GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则  
GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法  
GB/T 9734—2008 化学试剂 铝测定通用方法  
GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法  
GB 15258 化学品安全标签编写规定  
GB 15346 化学试剂 包装及标志  
HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

#### 3 性状

本品为红色或橘红色结晶，易吸潮。100℃时失去结晶水。溶于水，不溶于醇。

#### 4 规格

二水合重铬酸钠的规格见表 1。

HG/T 3439—2014

表 1 二水合重铬酸钠的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量( $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), $w/\%$	$\geq 99.5$	99.0
水不溶物, $w/\%$	$\leq 0.003$	0.01
氯化物(Cl), $w/\%$	$\leq 0.005$	0.02
硫酸盐( $\text{SO}_4$ ), $w/\%$	$\leq 0.02$	0.05
镁(Mg), $w/\%$	$\leq 0.005$	0.01
铝(Al), $w/\%$	$\leq 0.002$	0.005
钾(K), $w/\%$	$\leq 0.05$	0.1
钙(Ca), $w/\%$	$\leq 0.005$	0.02
铁(Fe), $w/\%$	$\leq 0.0005$	0.001

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外，所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，样品均按精确至 0.01 g 称量，所用溶液以“%”表示的除“乙醇（95 %）”外其他均为质量分数。

5.2 含量

称取 0.2 g 样品，精确至 0.000 1 g。置于碘量瓶中，加入 50 mL 水溶解，加入 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液（20 %），摇匀，于暗处放置 10 min。加入 150 mL 水（温度不超过 10 ℃），用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8)=0.1 \text{ mol/L}$ ] 滴定，近终点时加入 2 mL 淀粉指示液（10 g/L），继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

二水合重铬酸钠的质量分数  $w$ ，按公式（1）计算：

$$w = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $V_1$ ——样品消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- $V_2$ ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- $c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- $M$ ——二水合重铬酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $\left\{M\left[\frac{1}{6}(\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O})\right]\right\} = 49.67$ ；
- $m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

5.3 水不溶物

称取 50 g 样品，溶于 200 mL 水中，在水浴上保温 1 h 后，按 GB/T 9738 的规定测定。

5.4 氯化物

5.4.1 不含氯化物的重铬酸钠溶液的制备

称取 1 g 样品，溶于 90 mL 水中，加入 50 mL 硝酸溶液（25 %），加热至 50 ℃，加入 5 mL 硝酸银溶液（17 g/L），稀释至 150 mL，摇匀，放置 12 h~18 h，用 4 号玻璃滤坩过滤。

5.4.2 测定方法

称取 1 g 样品，溶于水，稀释至 100 mL。取 20 mL，加入 10 mL 硝酸溶液（25 %），加热至

50℃, 加入 1 mL 硝酸银溶液 (17 g/L), 稀释至 35 mL, 摇匀, 放置 10 min。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 30 mL 不含氯化物的重铬酸钠溶液及含下列数量的氯化物 (Cl) 标准溶液, 加热至 50℃, 稀释至 35 mL, 与同体积试液同时放置 10 min 后比浊。

分析纯: 0.01 mg; 化学纯: 0.04 mg。

## 5.5 硫酸盐

### 5.5.1 试验溶液的制备

称取 0.5 g 样品, 溶于 15 mL 盐酸溶液 (15%) 中。用 20 mL 磷酸三丁酯萃取, 静置分层。取水相, 再用 10 mL 磷酸三丁酯萃取, 静置分层。弃去有机相, 水相用乙醚萃取两次, 每次用 10 mL。将水相在水浴上蒸干, 加入少量水再蒸干, 残渣溶于水 (必要时过滤), 稀释至 50 mL。同时做空白试验溶液。

### 5.5.2 测定方法

量取 10 mL 试验溶液, 稀释至 20 mL, 加入 0.5 mL 盐酸溶液 (20%) 酸化后, 按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 10 mL 空白试验溶液及含下列数量的硫酸盐 ( $\text{SO}_4$ ) 标准溶液, 稀释至 20 mL, 与同体积试液同时进行同样处理。

分析纯: 0.02 mg; 化学纯: 0.05 mg。

## 5.6 镁

5.6.1 试剂、材料和仪器应符合 GB/T 9723—2007 第 5 章、第 6 章的规定。

### 5.6.2 仪器条件

光源: 镁空心阴极灯。

波长: 285.2 nm。

火焰: 乙炔-空气。

### 5.6.3 测定方法

称取 1 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL。取 20 mL, 共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定, 结果按 7.2.3 的规定计算。

## 5.7 铝

量取 10 mL 试验溶液 (5.5.1), 加入 1 滴酚酞指示液 (10 g/L), 用氨水溶液 (1+9) 调节溶液呈红色, 再用盐酸溶液 (1+40) 调节溶液至无色, 按 GB/T 9734—2008 中 6.2 的规定测定。溶液所呈蓝色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 10 mL 空白试验溶液 (5.5.1) 及含下列数量的铝 (Al) 标准溶液, 与同体积试验溶液同时进行同样处理。

分析纯: 0.002 mg; 化学纯: 0.005 mg。

## 5.8 钾

5.8.1 试剂、材料和仪器应符合 GB/T 9723—2007 第 5 章、第 6 章的规定。

### 5.8.2 仪器条件

光源: 钾空心阴极灯。

波长: 766.5 nm。

火焰: 乙炔-空气。

### 5.8.3 测定方法

称取 1 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL。取 2 mL, 共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定, 结果按 7.2.3 的规定计算。

## 5.9 钙

HG/T 3439—2014

量取 2 mL 试验溶液 (5.5.1), 稀释至 10 mL, 加入 10 mL 乙醇 (95 %)、0.5 mL 混合碱及 1 mL 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液 (2 g/L), 摇匀, 放置 5 min, 用 5 mL 三氯甲烷萃取 (温度不超过 30 ℃), 立即比色。有机相所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 2 mL 空白试验溶液 (5.5.1) 及含下列数量的钙 (Ca) 标准溶液, 稀释至 10 mL, 与同体积试液同时进行同样处理。

分析纯: 0.001 mg; 化学纯: 0.004 mg。

5.10 铁

称取 0.4 g 样品, 溶于 10 mL 水中, 加入 3 mL 盐酸溶液 (20 %)、10 mL 乙醇 (95 %) 及 2 mL 30 % 过氧化氢, 加入 1 滴硫酸, 在水浴上蒸发至近干。残渣溶于 20 mL 水, 用三水合乙酸钠溶液 (250 g/L) 调节溶液的 pH 值至 4, 稀释至 25 mL。加入 2 mL 氯化羟胺溶液 (100 g/L), 摇匀, 放置 5 min, 加入 1 mL 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉溶液  $\{c[(C_6H_5)_2C_{12}H_8N_2]=0.001\text{ mol/L}\}$ , 摇匀, 用 10 mL 异戊醇萃取。有机相所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁 (Fe) 标准溶液, 与样品同时进行同样处理。

分析纯: 0.002 mg; 化学纯: 0.004 mg。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存及运输, 并给出标志, 其中——

包装单位: 第 4 类;

内包装形式: NB-4, NBY-4, NB-5, NBY-5, NB-7, NB-8, NB-10, NB-11, NB-13, NB-15;

隔离材料: GC-2, GC-3, GC-4;

外包装形式: WB-1, WB-2, WB-3;

标签: 符合 GB 15258 的规定, 注明“氧化剂”、“有毒品”。

---