

ICS 71.040.30
G 62
备案号:41903—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3440—2013
代替 HG/T 3440—1999

化学试剂 铬酸钾

Chemical reagent—Potassium chromate

2013-10-17 发布

2014-03-01 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 3440—1999《化学试剂 铬酸钾》，与 HG/T 3440—1999 相比主要变化如下：

——增加了氯化物、硫酸盐的离子色谱测定方法（见本版的 5.5.2、5.6.2）；

——修改了硫酸盐比浊法的测定方法（见本版的 5.6.1，1999 年版的 5.5）；

——完善了钙测定方法（见本版的 5.8，1999 年版的 5.7）；

——修改了包装及标志（见本版的第 7 章，1999 年版的第 7 章）。

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：国药集团化学试剂有限公司。

本标准参加起草单位：泰州市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：陈浩云、郑琦、倪传宏、陈妍、李兴根、高俊伟、黄银波。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

——HGB 3153—1960、HG/T 3440—1976、HG/T 3440—1999。

化学试剂 铬酸钾

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。

分子式: K_2CrO_4

相对分子质量:194.19(根据 2011 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂 铬酸钾的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂 铬酸钾的检验。

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,仅所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 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法

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

JY/T 020 离子色谱分析方法通则

3 性状

本试剂为黄色结晶,溶于水,不溶于醇。

4 规格

铬酸钾的规格见表 1。

表 1 铬酸钾的规格

名 称	优 级 纯	分 析 纯	化 学 纯
含量(K_2CrO_4) $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.5	≥ 99.0
pH 值(50 g/L, 25 ℃)	8.6~9.8	8.6~9.8	8.6~9.8
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.004	≤ 0.01
氯化物(Cl) $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.003	≤ 0.005
硫酸盐(SO_4^{2-}) $w/\%$	≤ 0.01	≤ 0.02	≤ 0.05
钠(Na) $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.1	—
钙(Ca) $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.005	≤ 0.01
铅(Pb) $w/\%$	≤ 0.005	—	—

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、试剂及制品,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,溶于 25 mL 水中,加 2 g 碘化钾及 10 mL 硫酸溶液(20 %),摇匀,于暗处放置 10 min。加 150 mL 水(温度不超过 10 ℃),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 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。

铬酸钾的质量分数 w_1 ,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100 \% \quad (1)$$

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 ——空白试验消耗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 ——铬酸钾摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{3}K_2CrO_4)=64.73$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.3 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.4 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。

5.5 氯化物

5.5.1 比浊法(仲裁法)

5.5.1.1 不含氯化物的铬酸钾溶液的制备

称取 5 g 样品,溶于 70 mL 水中,加 50 mL 硝酸溶液(25 %),加热至 50 ℃,加 5 mL 硝酸银溶液(17 g/L),稀释至 150 mL,摇匀,于暗处放置 12 h~18 h,用 4 号玻璃滤坩过滤,滤液待用。

5.5.1.2 测定方法

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 水中(必要时过滤),加 10 mL 硝酸溶液(25 %),加 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),摇匀,于暗处放置 10 min。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 30 mL 不含氯化物的铬酸钾溶液及含下列数量的氯化物(Cl)标准溶液,与摇匀后的试液同时放置 10 min,比浊。

优级纯:0.01 mg;分析纯:0.03 mg;化学纯:0.05 mg。

5.5.2 离子色谱法

按 JY/T 020 的规定测定。

5.5.2.1 试验试剂的制备

5.5.2.1.1 再生液

量取 4 mL 硫酸,缓缓注入约 700 mL 水中,冷却,稀释至 1 000 mL,摇匀。

5.5.2.1.2 淋洗液

称取 0.339 g 无水碳酸钠和 0.084 g 碳酸氢钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。使用前用 0.22 μm 水相滤膜过滤。

5.5.2.2 测定条件

检测器:电导检测器;

抑制器:阴离子抑制器;

色谱柱:阴离子分离柱(季铵型聚苯乙烯树脂,250 mm×4 mm),阴离子保护柱(50 mm×4 mm);

柱温:30 ℃;

流速:0.7 mL/min;

进样量:20 μL。

5.5.2.3 测定

5.5.2.3.1 标准工作曲线溶液的配制

按不同规格移取适量氯化物(Cl)标准溶液(0.01 mg/mL)及硫酸盐(SO₄²⁻)标准溶液(0.1 mg/mL),共四份(使质量浓度成比例),分别置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.5.2.3.2 标准工作曲线的制作

用微量进样器分别吸取 20 μL 不同浓度的标准工作曲线溶液,依次注入离子色谱仪中,按测定条件测定峰高(或峰面积),以氯化物质量浓度为横坐标,相应的峰高(或峰面积)为纵坐标,绘制标准工作曲线。

5.5.2.3.3 样品的测定及计算

称取 1 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用 0.22 μm 水相滤膜过滤。同时做空白试验溶液。

用微量进样器吸取 20 μL 上述溶液,注入离子色谱仪,按测定条件测定峰高(或峰面积)。在标准工作曲线上查得对应的氯化物质量浓度。

氯化物的质量分数 w_2 ,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——样品溶液中氯化物质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ_0 ——空白试验溶液中氯化物质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——样品溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.6 硫酸盐

5.6.1 比浊法(仲裁法)

5.6.1.1 试验溶液的制配

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 盐酸溶液(15 %)中,用 40 mL 磷酸三丁酯萃取,静置分层,取水相,再用 20 mL 磷酸三丁酯萃取,弃去有机相,水相用乙醚萃取两次,每次 10 mL。将水相在水浴上蒸干,残渣溶于水(必要时过滤),稀释至 50 mL。同时做空白试验溶液。

5.6.1.2 测定方法

取 5 mL 试验溶液,稀释至 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20 %)酸化,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 5 mL 空白试验溶液及含下列数量的硫酸盐(SO_4^{2-})标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试液同时、同样处理。

优级纯:0.01 mg;分析纯:0.02 mg;化学纯:0.05 mg。

5.6.2 离子色谱法

同 5.5.2。以硫酸盐代替氯化物。

5.7 钠

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.7.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯。

波长:589.0 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.7.2 测定方法

称取 2 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 1 mL,共四份。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。

5.8 钙

取 5 mL(化学纯取 2.5 mL)试验溶液(5.6.1.1),稀释至 10 mL,加 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。有机层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 5 mL(化学纯取 2.5 mL)空白试验溶液(5.6.1.1)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、同样处理。

优级纯:0.001 mg;分析纯、化学纯:0.005 mg。

5.9 铅

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.9.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯。

波长:283.3 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.9.2 测定方法

称取 20 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL,加 4 mL 硝酸溶液(25 %),共四份。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。

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、贮存与运输,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“有毒品”。
