

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 3464—2014

代替 HG/T 3464—2003

化 学 试 剂 三 氯 化 锑

Chemical reagent—Antimony trichloride

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 3464—2003《化学试剂 三氯化锑》，与 HG/T 3464—2003 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了钠、钾、铜、铅 4 项规格及测定方法（见 4、5.7、5.8、5.10、5.11）；

——取消了硫化氢不沉淀物（2003 年版的 4）。

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。

本标准主要起草人：顾小焱、郑琦、陈浩云。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HGB 3441—1962、HG/T 3464—1977、HG/T 3464—2003。

化 学 试 剂 三 氯 化 锑

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 三氯化锑”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 三氯化锑”的检验。

分子式：SbCl3

相对分子质量：228.12（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 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 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色结晶或透明固体，易吸潮，遇大量水即生成不溶性氢氧化物。溶于醇、醚、苯、二硫化碳、三氯甲烷、丙酮及酸。

4 规格

三氯化锑的规格见表 1。

表 1 三氯化锑的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量(SbCl ₃),w/%	≥ 99.0	98.0
澄清度试验/号	≤ 4	6
乙醇溶解试验	合格	合格
盐酸不溶物,w/%	≤ 0.005	0.005
砷(As),w/%	≤ 0.005	0.03
钠(Na),w/%	≤ 0.02	0.04
钾(K),w/%	≤ 0.01	0.02
铁(Fe),w/%	≤ 0.002	0.005
铜(Cu),w/%	≤ 0.001	0.002
铅(Pb),w/%	≤ 0.005	0.01

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，试验用水应符合 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 0.5 g 样品，精确至 0.0001 g。溶于 1 mL 盐酸中，加入 20 mL 酒石酸钾钠溶液（200 g/L）、60 mL 水及 5 g 碳酸氢钠，摇匀，用碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0.1 \text{ mol/L}\right]$ 滴定，近终点时加入 2 mL 淀粉指示液（10 g/L），继续滴定至溶液呈蓝色。同时做空白试验。

三氯化锑的质量分数 w , 按公式 (1) 计算:

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

式中：

V_1 ——碘标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2 —空白试验消耗碘标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c——碘标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

M 三氯化锑的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) $\left[M\left(\frac{1}{2} \text{SbCl}_3\right) = 114.1 \right]$ ；

m—样品的质量的数值，单位为克(g)。

5.3 澄清度试验

称取 20 g 样品，溶于 80 mL 盐酸溶液（10%）中，并用盐酸溶液（10%）稀释至 100 mL。其浊度不应大于 HG/T 3484 规定的下列澄清度标准（保留此溶液用于盐酸不溶物的测定）。

分析纯：4号；化学纯：6号。

5.4 乙醇溶解试验

称取 1 g 样品，溶于 10 mL 乙醇（无水乙醇）中。样品应全溶，无机械杂质。

5.5 盐酸不溶物

将测定澄清度试验的溶液(5.3)用已在 $195^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒重的4号玻璃滤器过滤，用100 mL盐酸酸化。

溶液(10%)分次洗涤滤渣，于105℃±2℃的电烘箱中干燥至恒重。残渣质量不应大于1.0 mg。

5.6 砷

5.6.1 氯化亚锡溶液的制备

称取20 g 二水合氯化亚锡，置于干燥的烧杯中，用少量盐酸溶解(必要时加热)，用盐酸稀释至60 mL。

5.6.2 测定方法

称取0.5 g 样品，溶于10 mL 氯化亚锡溶液中，放置1 h。溶液所呈黄棕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砷(As) 标准溶液，与样品同时进行同样处理。

分析纯：0.025 mg；化学纯：0.150 mg。

5.7 钠

5.7.1 试剂、材料和仪器

应符合GB/T 9723—2007 第5章、第6章的规定。

5.7.2 仪器条件

光源：钠空心阴极灯。

波长：589.0 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.7.3 测定方法

称取0.5 g 样品，溶于80 mL 盐酸溶液(1+3) 中，并用盐酸溶液(1+3) 稀释至100 mL。取20 mL(化学纯取10 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。

5.8 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2 g 样品，溶于80 mL 盐酸溶液(1+3) 中，并用盐酸溶液(1+3) 稀释至100 mL。取20 mL(化学纯取10 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 铁

称取0.5 g 样品，溶于1 mL 盐酸中，加入10 mL 四水合酒石酸钾钠溶液(200 g/L)，稀释至25 mL，加入30 mg 过硫酸铵及2 mL 硫氰酸铵溶液(250 g/L)，摇匀，用10 mL 正丁醇萃取。有机层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：0.01 mg；化学纯：0.025 mg。

5.10 铜

5.10.1 试剂、材料和仪器

应符合GB/T 9723—2007 第5章、第6章的规定。

5.10.2 仪器条件

光源：铜空心阴极灯。

HG/T 3464—2014

波长：324.7 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.10.3 测定方法

称取20g样品，溶于80mL盐酸溶液中(1+3)，并用盐酸溶液(1+3)稀释至100mL。取20mL(化学纯取10mL)，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。

5.11 铅

5.11.1 试剂、材料和仪器

应符合GB/T 9723—2007第5章、第6章的规定。

5.11.2 仪器条件

光源：铅空心阴极灯。

波长：283.3 nm。

火焰：乙炔 空气。

5.11.3 测定方法

同5.10.3。

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：NBY-4，NBY-5；

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“腐蚀品”。