

ICS 71.040.30
G 62
备案号: 48569—2015

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3474—2014

代替 HG/T 3474—2000

化 学 试 剂 六水合三氯化铁(三氯化铁)

Chemical reagent—Iron(Ⅲ) chloride hexahydrate

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 3474—2000《化学试剂 三氯化铁》，与 HG/T 3474—2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 标准名称改为“六水合三氯化铁（三氯化铁）”；
- 增加了钠、镁、钾、钙 4 项规格及测定方法（见 4、5.10、5.11、5.12、5.13）；
- 修改了硫酸盐、锰 2 项测定方法（见 5.6、5.14，2000 年版的 5.4、5.7）；
- 取消了氨水不沉淀物（2000 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：西陇化工股份有限公司。

本标准主要起草人：章小亮、王军波、余辣娇、徐国中。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HGB 3115—1959、HG/T 3474—1977、HG/T 3474—2000。

化 学 试 剂

六水合三氯化铁（三氯化铁）

1 范围

本标准规定了“化学试剂 六水合三氯化铁（三氯化铁）”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 六水合三氯化铁（三氯化铁）”的检验。

分子式： $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：270.30（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 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法

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 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法

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

本试剂为黄褐色晶体或结晶块，在空气中易吸潮。易溶于水、醇及醚。

4 规格

六水合三氯化铁的规格见表 1。

HG/T 3474—2014

表 1 六水合三氯化铁的规格

名 称		分析纯	化学纯
含量(FeCl ₃ ·6H ₂ O),w/%	≥	99.0	98.0
水不溶物,w/%	≤	0.01	0.05
游离酸(以 HCl 计),w/%	≤	0.1	0.1
硫酸盐(SO ₄),w/%	≤	0.01	0.03
硝酸盐(NO ₃),w/%	≤	0.01	0.03
磷酸盐(PO ₄),w/%	≤	0.01	0.03
砷(As),w/%	≤	0.002	0.01
钠(Na),w/%	≤	0.02	0.05
镁(Mg),w/%	≤	0.002	0.005
钾(K),w/%	≤	0.002	0.005
钙(Ca),w/%	≤	0.005	0.01
锰(Mn),w/%	≤	0.02	—
亚铁(Fe),w/%	≤	0.002	0.005
铜(Cu),w/%	≤	0.005	0.01
锌(Zn),w/%	≤	0.003	0.01

5 试验

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 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。

5.3 含量

称取 1 g 样品，精确至 0.000 1 g。置于碘量瓶中，加入 50 mL 水、3 mL 盐酸及 3 g 碘化钾，摇匀，于暗处放置 30 min。加入 50 mL 水（温度不超过 10℃），用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [c(Na₂S₂O₃) = 0.1 mol/L] 滴定近终点时加入 2 mL 淀粉指示液（10 g/L），继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

六水合三氯化铁的质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1\,000} \times 100\%$$

..... (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 ——六水合三氯化铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[$M(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 270.3$]

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

5.4 水不溶物

称取 10 g 样品，溶于 100 mL 水中，加入 2 mL 盐酸，在水浴上保温 1 h 后，按 GB/T 9738 的规定测定。其中用热盐酸溶液（1+85）洗涤滤渣至洗液无铁离子反应。

5.5 游离酸

5.5.1 中性氯化钾溶液的制备

称取 10 g 氯化钾，溶于 25 mL 热水中，加入 2 滴酚酞指示液（10 g/L）。如溶液呈红色，用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液粉红色消失，再用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色，保持 30 s。如溶液无色，则用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色，保持 30 s。即为中性氯化钾溶液。

5.5.2 中性氯化钾-乙醇混合液的制备

称取 10 g 氯化钾，溶于 25 mL 乙醇（95 %）和 5 mL 水中，加入 2 滴酚酞指示液（10 g/L）。如溶液呈粉红色，用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液粉红色消失，再用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色，保持 30 s。如溶液无色，则用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色，保持 30 s。即为中性氯化钾-乙醇混合液。

5.5.3 测定方法

称取 2 g 样品，置于塑料杯中，加入 15 mL 无二氧化碳的水溶解，在不断搅拌下缓缓加入新制备的中性氯化钾溶液，继续搅拌，于 50 ℃ 水浴中保温 5 min，冷却，加入新制备的中性氯化钾-乙醇混合液，稀释至 90 mL，振摇数分钟后，静置 1.5 h，用干燥滤纸过滤，弃去最初 5 mL 滤液，收集 45 mL 澄清滤液，加入 2 滴酚酞指示液（10 g/L），用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色。

游离酸的质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- V ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- c ——氢氧化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 ——盐酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(\text{HCl})=36.46$]；
- m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

5.6 硫酸盐

5.6.1 试验溶液的制备

称取 2 g 样品，溶于 20 mL 水中，加热至沸，加入 10 mL 氨水溶液（10 %），摇匀，趁热过滤，滤渣用热的氨水溶液（1+50）洗涤 3 次，合并滤液及洗液，稀释至 50 mL。

5.6.2 测定方法

取 5 mL 试验溶液，加入 0.2 mL 无水碳酸钠溶液（50 g/L），在水浴上蒸干，缓缓灼烧至铵盐逸尽，冷却后加入 1 mL 盐酸，在水浴上蒸干，用少量水溶解残渣（必要时过滤），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含下列数量的硫酸盐（ SO_4 ）标准溶液，加入 0.5 mL 氨水溶液（10 %）、0.2 mL 无水碳酸钠溶液（50 g/L），再加入 1 mL 盐酸，在水浴上蒸干（必要时过滤），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：0.06 mg。

HG/T 3474—2014**5.7 硝酸盐**

取 2.5 mL 试验溶液 (5.6.1), 稀释至 10 mL, 加入 1 mL 氯化钠溶液 (100 g/L) 及 1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001\text{ mol/L}$], 在摇动下于 10 s~15 s 内加入 10 mL 硫酸, 放置 10 min。溶液所呈蓝色不应浅于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的硝酸盐 (NO_3) 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: 0.01 mg; 化学纯: 0.03 mg。

5.8 磷酸盐

称取 0.5 g 样品, 溶于 15 mL 水中, 加入 15 mL 盐酸, 移入分液漏斗中, 摇匀, 加入 20 mL 乙醚, 振摇数分钟, 静置分层, 弃去有机相, 用乙醚反复萃取至水相无色。取水相, 在水浴上蒸干, 残渣用 2 滴盐酸溶解, 稀释至 100 mL。取 20 mL, 加入 4 mL 硫酸溶液 (20 %) 及磷试剂甲、乙各 1 mL, 摇匀, 于 60 °C 水浴中保温 10 min。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含下列数量的磷酸盐 (PO_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: 0.01 mg; 化学纯: 0.03 mg。

5.9 砷

称取 1 g 样品, 溶于水, 稀释至 50 mL。取 10 mL, 按 GB/T 610—2008 中 4.1 的规定测定。溴化汞试纸所呈棕黄色不应深于标准比色试纸。

标准比色试纸的制备是取含下列数量的砷 (As) 标准溶液, 稀释至 10 mL, 与同体积样品溶液同时进行同样处理。

分析纯: 0.004 mg; 化学纯: 0.020 mg。

5.10 钠**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: 钠空心阴极灯。

波长: 589.0 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.10.3 测定方法

称取 1 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL。取 5 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。

5.11 镁**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: 镁空心阴极灯。

波长: 285.2 nm。

火焰: 乙炔-空气。

5.11.3 测定方法

称取 5 g 样品, 溶于水, 稀释至 100 mL。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。

5.12 钾**5.12.1 试剂、材料和仪器**

应符合 GB/T 9723—2007 第 5 章、第 6 章的规定。

5.12.2 仪器条件

光源：钾空心阴极灯。

波长：766.5 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.12.3 测定方法

称取 5 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。

5.13 钙

5.13.1 试剂、材料和仪器

应符合 GB/T 9723—2007 第 5 章、第 6 章的规定。

5.13.2 仪器条件

光源：钙空心阴极灯。

波长：422.7 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.13.3 测定方法

同 5.12.3。

5.14 锰

5.14.1 试剂、材料和仪器

应符合 GB/T 9723—2007 第 5 章、第 6 章的规定。

5.14.2 仪器条件

光源：锰空心阴极灯。

波长：279.5 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.14.3 测定方法

称取 2 g 样品，溶于水，加入 4 mL 盐酸溶液（20 %），稀释至 100 mL。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。

5.15 亚铁

称取 0.5 g 样品，溶于 20 mL 无氧的水中，加入 1 mL 盐酸及 1 滴新制备的六氰合铁（Ⅲ）酸钾溶液（50 g/L），摇匀，放置 10 min。溶液所呈蓝绿色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是称取 0.5 g 不含亚铁的三氯化铁（按上述测定方法操作，溶液不呈现蓝绿色）及含下列数量的亚铁（ Fe^{2+} ）标准溶液，与样品同时进行同样处理。

分析纯：0.010 mg；化学纯：0.025 mg。

5.16 铜

5.16.1 试剂、材料和仪器

应符合 GB/T 9723—2007 第 5 章、第 6 章的规定。

5.16.2 仪器条件

光源：铜空心阴极灯。

波长：324.7 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.16.3 测定方法

同 5.12.3。

5.17 锌

HG/T 3474—2014

5.17.1 试剂、材料和仪器

应符合 GB/T 9723 2007 第 5 章、第 6 章的规定。

5.17.2 仪器条件

光源：锌空心阴极灯。

波长：213.9 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.17.3 测定方法

称取 2.5 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。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行取样及验收。

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。
