

备案号:3868—1999

HG/T 3440—1999

## 前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 3440—1976《化学试剂 铬酸钾》修订而成。

本标准给出优级纯、分析纯、化学纯三个级别,优级纯非等效采用 E. Merck 90/91 标准。

本标准与 E. Merck 的差别如下:

——本标准比 E. Merck 标准增加水不溶物一项,优级纯中钙指标严于 E. Merck 标准。

——本标准除含量、氯化物、硫酸盐、钙四项试验方法外,其他项目采用我国已制定的化学试剂通用方法标准。

本标准与 HG/T 3440—1976 的差异为:

取消了铝,优级纯增加了铅,分析纯钙指标放宽,取消了钠试验方法中并列的火焰分光光度法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3440—1976。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位:天津化学试剂三厂。

本标准主要起草人:杨来儒。

本标准于 1960 年首次制定,于 1976 年修订。

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3440—1999

## 化学试剂 铬酸钾

代替 HG/T 3440—1976

Chemical reagent—Potassium chromate

分子式:  $K_2CrO_4$

相对分子质量: 194.19 (根据 1995 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要求、试验方法、检验规则、包装及标志。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备  
GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备  
GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备  
GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则  
GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)  
GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则  
GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)  
GB/T 9738—1988 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)  
GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志

### 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   |
|------------------------|---------|---------|---------|
| 铬酸钾含量( $K_2CrO_4$ ), % | ≥ 99.5  | 99.5    | 99.0    |
| pH 值(50 g/L, 25℃)      | 8.6~9.8 | 8.6~9.8 | 8.6~9.8 |
| 水不溶物含量, %              | ≤ 0.002 | 0.004   | 0.01    |
| 氯化物含量(Cl), %           | ≤ 0.001 | 0.003   | 0.005   |
| 硫酸盐含量( $SO_4$ ), %     | ≤ 0.01  | 0.02    | 0.05    |
| 钠含量(Na), %             | ≤ 0.05  | 0.1     | —       |

国家石油和化学工业局 1999-06-16 批准

2000-06-01 实施

表 1(完)

| 名 称               | 优 级 纯 | 分 析 纯 | 化 学 纯 |
|-------------------|-------|-------|-------|
| 钙含量(Ca), % $\leq$ | 0.001 | 0.005 | 0.01  |
| 铅含量(Pb), % $\leq$ | 0.005 | —     | —     |

## 5 试验

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。

### 5.1 铬酸钾含量

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 20% 硫酸溶液 10 mL,摇匀,于暗处放置 10 min。加 150 mL 水(不超过 10℃),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ ] 滴定,近终点时,加 10 g/L 淀粉指示液 2 mL,继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。

同时做空白试验。

以质量百分数表示的铬酸钾的含量(X)按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 64.73}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V_1$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$ ——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

64.73——铬酸钾的摩尔质量 [ $M(1/3\text{K}_2\text{CrO}_4)$ ], g/mol;

$m$ ——样品的质量, g。

### 5.2 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

### 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 不含氯化物的铬酸钾溶液的制备

称取 5 g 样品,溶于 70 mL 水中,加 25% 硝酸溶液 50 mL,加热至 50℃,加 17 g/L 硝酸银溶液 5 mL,稀释至 150 mL,摇匀,放置 12~18 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 20 mL 水中(必要时过滤)。加 25% 硝酸溶液 10 mL,加热至 50℃,加 17 g/L 硝酸银溶液 1 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取 30 mL 不含氯化物的铬酸钾溶液及含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯.....0.01 mg Cl;

分析纯.....0.03 mg Cl;

化学纯.....0.05 mg Cl。

加热至 50℃,与摇匀后的试液同时放置 10 min,比浊。

### 5.5 硫酸盐

#### 5.5.1 试验溶液的制备

称取 1 g 样品,溶于 15% 盐酸溶液 20 mL 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,每次用 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。

#### 5.5.2 测定方法

取 5 mL 试验溶液,稀释至 10 mL,加 95%乙醇 5 mL、10%盐酸溶液 1 mL,在不断振摇下滴加 250 g/L 氯化钡溶液 3 mL,稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

|     |                           |
|-----|---------------------------|
| 优级纯 | 0.01 mg SO <sub>4</sub> ; |
| 分析纯 | 0.02 mg SO <sub>4</sub> ; |
| 化学纯 | 0.05 mg SO <sub>4</sub> 。 |

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

#### 5.6 钠

按 GB/T 9723 的规定测定,其中:

##### 5.6.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯;

波长:589.0 nm;

火焰:乙炔-空气。

##### 5.6.2 测定方法

称取 2 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 1 mL,共 4 份,按 GB/T 9723—88 中 6.2.2 的规定测定。

#### 5.7 钙

取 5 mL(化学纯取 2.5 mL)试验溶液(5.5.1),稀释至 10 mL,加 95%乙醇 10 mL、混合碱 0.5 mL 及 2 g/L 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液 1 mL,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对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的钙标准溶液:

|         |              |
|---------|--------------|
| 优级纯     | 0.001 mg Ca; |
| 分析纯、化学纯 | 0.005 mg Ca。 |

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

#### 5.8 铅

按 GB/T 9723 的规定测定,其中

##### 5.8.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;

波长:283.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

##### 5.8.2 测定方法

称取 20 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL,加 25%硝酸溶液 4 mL,共 4 份,按 GB/T 9723—88 中 6.2.2 的规定测定。

### 6 检验规则

按 GB/T 619 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;

标签应注明:“氧化剂”。

---