

HG

中华人民共和国化工行业标准

化 学 试 剂

(2000)

2000-06-05 发布

2001-05-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

备案号:7285—2000

HG/T 3474—2000

前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 3474—1977《化学试剂 三氯化铁》修订而成。

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准与 HG/T 3474—1977 的主要差异:

——水不溶物、铜、锌、砷采用化学试剂通用试验方法标准。

——铜、锌取消了化学分析法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3474—1977。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准负责起草单位:北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人:关瑞宝、郝玉林、刘冬霓、强京林。

本标准于 1959 年首次发布,1977 年修订。

中华人民共和国化工行业标准

化学试剂 三氯化铁

HG/T 3474—2000

代替 HG/T 3474—1977

Chemical reagent
Iron(Ⅲ)chloride hexahydrate

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

相对分子质量: 270.29(按 1995 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂三氯化铁的要求、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 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

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 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

本试剂为黄褐色晶体或结晶块,在空气中易潮解,易溶于水、醇及醚中。

4 规格

三氯化铁的规格应符合表 1 的规定。

表 1 三氯化铁的规格

%

名 称	分 析 纯	化 学 纯
三氯化铁含量($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	\geq	99.0
水不溶物含量	\leq	0.01
游离酸(以 HCl 计)含量	\leq	0.1
硫酸盐(SO_4)含量	\leq	0.01
硝酸盐(NO_3)含量	\leq	0.01
磷酸盐(PO_4)含量	\leq	0.01
锰(Mn)含量	\leq	0.02
亚铁(Fe)含量	\leq	0.002
铜(Cu)含量	\leq	0.005
锌(Zn)含量	\leq	0.01
砷(As)含量	\leq	0.005
氨水不沉淀物(以硫酸盐计)含量	\leq	0.01
		0.5

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 三氯化铁含量

称取 1 g 样品(精确至 0.000 1 g),置于碘量瓶中,加 50 mL 水、3 mL 盐酸及 3 g 碘化钾,摇匀,于暗处放置 30 min,加 50 mL 水(温度不超过 10℃),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定,近终点时,加 10 g/L 淀粉指示液 2 mL,继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

以质量百分数表示的三氯化铁的含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 270.3}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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;

270.3——三氯化铁的摩尔质量 [$M(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$], g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.2 水不溶物

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 水中,加 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 1+85 热盐酸溶液洗涤滤渣至洗液无铁离子反应。

5.3 游离酸

5.3.1 试验溶液的制备

5.3.1.1 中性氟化钾溶液的制备

称取 10 g 氟化钾,溶于 25 mL 热水中,加 10 g/L 酚酞指示液 2 滴,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,然后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,并保持 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,并保持 30 s。即为中性氯化钾溶液。

5.3.1.2 中性氯化钾-乙醇混合液的制备

称取 10 g 氯化钾,溶于 95%乙醇 25 mL 和 5 mL 水中,加 10 g/L 酚酞指示液 2 滴,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,然后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,并保持 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,并保持 30 s。即为中性氯化钾-乙醇混合液。

5.3.2 测定方法

称取 2 g 样品,置于塑料杯中,加 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 10 g/L 酚酞指示液 2 滴,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。

以质量百分数表示的游离酸含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{Vc \times 36.46}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

36.46——盐酸的摩尔质量 $[M(\text{HCl})]$, g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.4 硫酸盐

5.4.1 试验溶液的制备

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

5.4.2 测定方法

取 5 mL 试验溶液,加 50 g/L 无水碳酸钠溶液 0.2 mL,在水浴上蒸干,缓缓灼烧至铵盐逸尽,冷却后加 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 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溶液。

标准比溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

分析纯 $\dots\dots\dots 0.02 \text{ mg SO}_4$;

化学纯 $\dots\dots\dots 0.06 \text{ mg SO}_4$ 。

加 10%氨水溶液 0.5 mL, 50 g/L 无水碳酸钠溶液 0.2 mL,加 1 mL 盐酸,在水浴上蒸干(必要时过滤),稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.5 硝酸盐

取 2.5 mL 试验溶液(5.4.1),稀释至 10 mL,加 100 g/L 氯化钠溶液 1 mL 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 10~15 s 内加入 10 mL 硫酸,放置 10 min。溶液所呈蓝色不得浅于标准比溶液。

标准比溶液的制备是取含下列数量的硝酸盐标准溶液:

分析纯 $\dots\dots\dots 0.01 \text{ mg NO}_3$;

化学纯 $\dots\dots\dots 0.03 \text{ mg NO}_3$ 。

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.6 磷酸盐

称取 0.5 g 样品,溶于 15 mL 水,加 15 mL 盐酸,移入分液漏斗中,摇匀,加 20 mL 乙醚,振荡数分钟,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 20% 硫酸溶液 4 mL 及磷试剂甲、乙各 1 mL,摇匀,于 60℃ 水浴中保温 10 min。溶液所呈蓝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磷酸盐标准溶液:

分析纯 …… 0.01 mg PO_4 ;

化学纯 …… 0.03 mg PO_4 。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.7 锰

称取 1 g 样品,溶于 5 mL 水中,加 3 mL 硫酸,加热至冒烟,冷却,小心加水,稀释至 100 mL,取 10 mL,稀释至 40 mL,加 10 mL 硝酸、5 mL 硫酸、5 mL 磷酸,煮沸 5 min,冷却,加 0.25 g 高碘酸钾,再煮沸 5 min,冷却后稀释至原体积。溶液所呈粉红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含 0.02 mg(Mn) 的锰标准溶液,稀释至 40 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.8 亚铁

称取 0.5 g 样品,溶于 20 mL 无氧的水中,加 1 mL 盐酸及 1 滴新制备的 50 g/L 铁氰化钾溶液,摇匀,放置 10 min。溶液所呈蓝绿色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是称取 0.5 g 不含亚铁的三氯化铁及含下列数量的亚铁标准溶液:

分析纯 …… 0.010 mg Fe(II) ;

化学纯 …… 0.025 mg Fe(II) 。

与样品同时同样处理。

注:不含亚铁的三氯化铁,按上述测定方法进行的操作,溶液不呈现蓝绿色,即为不含亚铁的三氯化铁。

5.9 铜

按 GB/T 9723 的规定测定,其中:

5.9.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯。

波长:324.7 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.9.2 测定方法

称取 5 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL,共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.10 锌

按 GB/T 9723 的规定测定,其中:

5.10.1 仪器条件

光源:锌空心阴极灯。

波长:213.9 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

称取 2.5 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL,取 20 mL,共四份。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.11 砷

称取 1 g 样品,溶于水,稀释至 50 mL。取 10 mL,按 GB/T 610.1 的规定测定。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准比对试纸。

标准比对试纸的制备是取含下列数量的砷标准溶液：

分析纯 …… 0.004 mg As；

化学纯 …… 0.020 mg As。

稀释至 10 mL，与同体积试液同时同样处理。

5.12 氨水不沉淀物

取 25 mL 试验溶液(5.4.1)，置于已在 $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$ 恒重的蒸发皿中，加 0.5 mL 硫酸，在水浴上蒸至近干，缓缓加热至硫酸蒸气逸尽，于 $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重。残渣质量不得大于：

分析纯 …… 1.0 mg；

化学纯 …… 5.0 mg。

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。