

备案号:3865—1999

HG/T 3477—1999

前 言

本标准是在化工行业标准 HG/T 3477—1977《化学试剂 酒石酸钾》的基础上修订的。本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准与 HG/T 3477—1977 的主要差异为:

放宽了澄清度试验,除含量,氯化物、铁三项外,其他项目采用我国已制定的化学试剂通用试验方法标准。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3477—1977。

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化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位:上海化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云。

本标准于 1960 年首次发布,于 1977 年修订。

中华人民共和国化工行业标准

化 学 试 剂 酒 石 酸 钾

HG/T 3477—1999

代替 HG/T 3477—1977

Chemical reagent—Potassium tartrate semihydrate

分子式: $C_4H_4O_6K_2 \cdot 1/2H_2O$

相对分子质量: 235.27 (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酒石酸钾的要求、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 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)
GB/T 9727—1988 化学试剂 磷酸盐测定通用方法(neq ISO 6353-1:1982)
GB/T 9728—1988 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
GB/T 9735—1988 化学试剂 重金属测定通用方法(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
HG/T 3484—1999 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准

3 性状

本试剂为无色结晶或白色结晶性粉末,易溶于水,其水溶液(100 g/L)呈右旋性。难溶于乙醇。

4 规格

酒石酸钾的规格见表 1。

表 1 酒石酸钾的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
酒石酸钾含量($C_4H_4O_6K_2 \cdot 1/2H_2O$), %	≥ 99.0	99.0
pH 值(25℃, 50 g/L)	7.0~9.0	7.0~9.0

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	分 析 纯	化 学 纯
澄清度试验	合 格	合 格
水不溶物, % \leq	0.005	0.01
氯化物(Cl), % \leq	0.002	0.01
硫酸盐(SO ₄), % \leq	0.005	0.01
磷酸盐(PO ₄), % \leq	0.002	0.005
铁(Fe), % \leq	0.000 5	0.001
重金属(以 Pb 计), % \leq	0.000 5	0.001

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 酒石酸钾含量

称取 0.4 g 样品(精确至 0.000 1 g),溶于 25 mL 水中,注入强酸性阳离子交换树脂柱中[树脂的处理及再生方法见附录 A(标准的附录)]以(3~4)mL/min 的流量进行交换,交换液收集于锥形瓶中,用水分次洗涤树脂至滴下溶液呈中性,收集交换液及洗涤液,加 2 滴 10 g/L 酚酞指示液,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。

同时做空白试验。

以质量百分数表示的酒石酸钾含量(X)按下式计算:

$$X(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 117.6}{m \times 1000} \times 100$$

式中: V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验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;

117.6——酒石酸钾的摩尔质量 $\{M[1/2(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{K}_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O})]\}$, g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.2 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.3 澄清度试验

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的下列澄清度标准:

分析纯……………4 号;

化学纯……………6 号。

5.4 水不溶物

称取 20 g 样品,溶于 100 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.5 氯化物

称取 0.5 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 25%硝酸溶液 2 mL 及 17 g/L 硝酸银溶液 1 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氯化物标准溶液:

分析纯……………0.01 mg Cl;

化学纯……………0.05 mg Cl。

稀释至 20 mL,加 25%硝酸溶液 1 mL 及 17 g/L 硝酸银溶液 1 mL,稀释至 25 mL,摇匀,与同体积试液

同时放置 10 min 后比浊。

5.6 硫酸盐

称取 0.2 g 样品,溶于 10 mL 水中,加 20% 盐酸溶液 0.5 mL 酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。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:

分析纯.....0.01 mg SO_4 ;

化学纯.....0.02 mg SO_4 。

与样品同时同样处理。

5.7 磷酸盐

称取 0.5 g (化学纯 0.2 g) 样品,置于铂坩埚中,加热炭化,于 $(650 \pm 50)^\circ\text{C}$ 灼烧至白,冷却,加 5 mL 水及 5 mL 硝酸,蒸干,残渣溶于 5 mL 水(必要时过滤),加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,用 10% 氨水溶液调至黄色刚刚出现,再滴加 13% 硝酸溶液至黄色刚刚消失,稀释至 10 mL 后,按 GB/T 9727 的规定测定。有机层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 0.01 mg PO_4 的磷酸盐标准溶液,稀释至 5 mL,加 2 滴 2,4-二硝基酚指示液,滴加 13% 硝酸溶液至黄色刚刚消失,稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.8 铁

称取 2 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 100 g/L 盐酸羟胺溶液 2 mL,摇匀,放置 5 min,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 3$) 2 mL 及 2 g/L 1,10-菲罗啉溶液 2 mL,摇匀,放置 10 min。溶液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铁标准溶液:

分析纯.....0.01 mg Fe;

化学纯.....0.02 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.9 重金属

称取 2 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 30% 乙酸溶液 0.2 mL 后,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗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铅标准溶液:

分析纯.....0.01 mg Pb;

化学纯.....0.02 mg Pb。

与样品同时同样处理。

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。

附录 A

(标准的附录)

强酸性阳离子交换树脂的处理和再生方法

A1 仪器

A1.1 交换柱材料:玻璃管或聚乙烯管。

A1.2 交换柱内径:10 mm~20 mm。

A1.3 树脂床高度:约 400 mm(膨胀后树脂体积占交换柱高度的 2/3)。

A1.4 树脂颗粒度:0.2 mm~0.8 mm。

A2 处理方法

取适量的强酸性阳离子交换树脂于烧杯中(干树脂,应先用饱和氯化钠溶液浸泡,再逐步稀释氯化钠溶液,以免树脂膨胀而破碎),用水漂洗至澄清后,加水浸泡 12 h~24 h,使其充分膨胀。排去水后,加入 95%乙醇浸泡 24 h。用水洗至无醇味后,加入 1+3 盐酸溶液浸泡 2 h~3 h,用水洗至中性,加入 100 g/L 氢氧化钠溶液,浸泡 2 h~3 h,水洗至中性,再用 1+3 盐酸溶液漂洗,并浸泡 24 h,经常搅拌。用 1+3 盐酸溶液漂洗三次。

将上述处理的树脂装入交换柱中,用 1+3 盐酸溶液 400 mL 以 10 mL/min 的流量洗涤树脂,再用水洗至洗液呈中性。用水浸泡,备用。

A3 再生方法

将失效的强酸性阳离子交换树脂移入烧杯中,用 1+3 盐酸溶液漂洗三次,并浸泡 24 h,经常搅拌。将盐酸溶液排尽,再用 1+3 盐酸溶液漂洗三次。

将上述处理的树脂装入交换柱,用 1+3 盐酸溶液 400 mL 以 10 mL/min 的流量洗涤树脂,再用水洗至滴下溶液呈中性。用水浸泡,备用。