

# 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

## 前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 3497—1982《化学试剂 柠檬酸氢二铵》修订而成的。

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准与 HG/T 3497—1982 的主要差异:

——澄清度试验称样量由 20 g 调整为 10 g。

——水不溶物、铁、灼烧残渣、钙、澄清度试验采用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 3497—1982。

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 1960 年首次发布,1982 年修订。

# 中华人民共和国化工行业标准

## 化学试剂 柠檬酸氢二铵

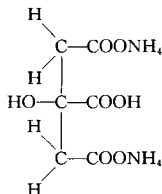
HG/T 3497—2000

代替 HG/T 3497—1982

Chemical reagent  
di-Ammonium hydrogen citrate

分子式:  $C_6H_{14}O_7N_2$

结构式:



相对分子质量: 226.18 (按 1995 年国际相对原子质量)

### 1 范围

本标准规定了化学试剂柠檬酸氢二铵的要求、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为本标准的条文。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 (eqv 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/T 9739—1988 化学试剂 铁测定通用方法 (eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9741—1988 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法 (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

本试剂为白色结晶粉末,易溶于水。

国家石油和化学工业局 2000-06-05 批准

2001-05-01 实施

## 4 规格

柠檬酸氢二铵的规格应符合表 1 的规定。

表 1 柠檬酸氢二铵的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
柠檬酸氢二铵含量( $C_6H_{14}O_7N_2$ ), %	≥ 99.0	98.0
澄清度试验	合格	合格
水不溶物含量, %	≤ 0.005	0.01
灼烧残渣(以硫酸盐计)含量, %	≤ 0.03	0.06
氯化物(Cl)含量, %	≤ 0.001	0.002
硫化物(以 $SO_4$ 计)含量, %	≤ 0.005	0.01
磷化合物(以 $PO_4$ 计)含量, %	≤ 0.002	0.005
草酸盐( $C_2O_4$ )含量, %	合格	—
钙(Ca)含量, %	≤ 0.005	0.02
铁(Fe)含量, %	≤ 0.000 5	0.002
重金属(以 Pb 计)含量, %	≤ 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 柠檬酸氢二铵含量

## 5.1.1 中性甲醛溶液的制备

量取 20 mL 甲醛溶液,加 20 mL 水,摇匀,加 2 滴 10 g/L 酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(NaOH)=0.5 \text{ mol/L}$ ] 滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。使用前制备。

## 5.1.2 测定方法

称取 1 g 样品(精确至 0.000 1 g),溶于 40 mL 无二氧化碳的水中,加 10 mL 中性甲醛溶液,摇匀,放置 30 min,加 1 滴 10 g/L 酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(NaOH)=0.5 \text{ mol/L}$ ] 滴定至溶液呈粉红色。

以质量百分数表示的柠檬酸氢二铵的含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{Vc \times 75.39}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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;

75.39——柠檬酸氢二铵的摩尔质量 [ $M(1/3C_6H_{14}O_7N_2)$ ],g/mol;

m——样品的质量,g。

## 5.2 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 规定的下列澄清度标准:

分析纯 …… 4 号;

化学纯 …… 6 号。

## 5.3 水不溶物

称取 20 g 样品,溶于 100 mL 水中,在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

## 5.4 灼烧残渣

称取 10 g 样品,按 GB/T 9741—1988 中 4.1 的规定测定。其中灼烧温度为  $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$ ,硫酸加入量为 1 mL。结果按 GB/T 9741—1988 中第 5 章的规定计算。

## 5.5 氯化物

## 5.5.1 试验溶液的制备

称取 5 g 样品,置于黄金皿(或铂皿)中,加 50 g/L 无水碳酸钠溶液 5 mL,在水浴上蒸干,缓缓加热炭化,逐渐升温至  $700^\circ\text{C}$  并灼烧至白。如残渣不变白,加少量水润湿,在水浴上蒸干,再灼烧,重复操作至残渣完全变白。冷却,残渣用水溶解,过滤,洗涤,合并滤液及洗液,稀释至 50 mL。

## 5.5.2 测定方法

取 10 mL 试验溶液,用 25% 硝酸溶液中和,稀释至 25 mL,加 25% 硝酸溶液 2 mL、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溶液。

标准比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<sub>2</sub>;化学纯 …… 0.02 mg Cl<sub>2</sub>。

稀释至 25 mL,与同体积试液同时同样处理。

## 5.6 硫化物

取 5 mL 试验溶液(5.5.1),加 30% 过氧化氢 1 mL,煮沸至过氧化氢分解,用 10% 盐酸溶液中和,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 …… 0.025 mg SO<sub>4</sub>;化学纯 …… 0.050 mg SO<sub>4</sub>。

稀释至 5 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

## 5.7 磷化合物

取 5 mL 试验溶液(5.5.1),加 10 mL 水,2 滴 30% 过氧化氢,加热至沸,在水浴上蒸干,冷却,残渣用少量水溶解,稀释至 10 mL,加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加 20% 硫酸溶液至溶液黄色消失,稀释至 20 mL,加 20% 硫酸溶液 6 mL,冷却,加 100 g/L 钼酸铵溶液 4 mL,摇匀,放置 10 min,加 100 g/L 酒石酸溶液 4 mL 及 10 g/L 抗坏血酸溶液 2 mL,稀释至 40 mL,滴加新制备的 5 g/L 氯化亚锡溶液 0.4 mL,稀释至 50 mL,摇匀。溶液所呈蓝色不得深于标准比溶液。

标准比溶液的制备是取含下列数量的磷酸盐标准溶液:

分析纯 …… 0.010 mg PO<sub>4</sub>;化学纯 …… 0.025 mg PO<sub>4</sub>。

稀释至 5 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

## 5.8 草酸盐

称取 5 g 样品,溶于 25 mL 水中(必要时过滤),加 3 mL 乙酸(冰醋酸)、95% 乙醇 10 mL,摇匀,将溶液分成两等份。其中一份加 100 g/L 乙酸钠溶液 1 mL。摇匀,并放置 1 h 后,其溶液透明度应与另一份溶液无区别。

## 5.9 钙

按 GB/T 9723 的规定,其中:

## 5.9.1 仪器条件

光源:钙空心阴极。

波长:422.7 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 铁

称取 1 g 样品,溶于 15 mL 水中,用 15% 盐酸溶液将溶液的 pH 值调至 2 后,按 GB/T 9739 的规定测定。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 …… 0.005 mg Fe;

化学纯 …… 0.020 mg Fe。

与样品同时同样处理。

## 5.11 重金属

称取 4 g 样品,溶于水,用 100 g/L 氢氧化钠溶液中和(约 6 mL),并过量 2 mL,稀释至 40 mL。取 30 mL,稀释至 45 mL,加 200 g/L 酒石酸钾钠溶液 1 mL、50 g/L 硫代乙酰胺溶液 2 mL 及 100 g/L 氢氧化钠溶液 2 mL,摇匀,放置 10 min。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剩余的 10 mL 试验溶液及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。

稀释至 45 mL,与同体积试液同时同样处理。

## 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、5 类;

内包装形式:NB-4、NB-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。