

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2630—94

化 学 试 剂
三水合乙酸铅(乙酸铅)

本标准参照采用国际标准 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂 第3部分:规格 第2系列》中 R 71 “三水合乙酸铅”。

本试剂为无色结晶或白色粉末,溶于水,有毒,具风化性,能吸收空气中二氧化碳成为难溶于水的碱式碳酸盐。

分子式: $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 379.33(按 1989 年国际相对原子质量)。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂三水合乙酸铅的技术要求、试验方法、检验规则及包装与标志。
本标准适用于化学试剂三水合乙酸铅的检验。

2 引用标准

- GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- 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 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 609 化学试剂 总氮量测定通用方法
- GB/T 619 化学试剂 取样及验收规则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- HG/T 3—119 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3—1168 澄清度标准的制备及测定方法(玻璃乳浊液法)

3 技术要求

3.1 三水合乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 含量, %:

- 分析纯..... ≥ 99.5 ;
- 化学纯..... ≥ 98.0 。

3.2 杂质最高含量

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
澄清度试验	合 格	
水不溶物, %	0.005	0.01
氯化物(Cl), %	0.000 5	0.002
总氮量(N), %	0.001	0.002
钠(Na), %	0.005	0.02
钾(K), %	0.005	0.02
钙(Ca), %	0.005	0.02
铁(Fe), %	0.001	0.002
铜(Cu), %	0.001	0.005

4 试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

4.1 三水合乙酸铅[Pb(CH₃COO)₂·3H₂O]含量测定

称取 0.6 g 样品(精确至 0.000 1 g)。溶于 100 mL 水中,加 0.2 mL 乙酸及 5 g 六次甲基四胺,加 2 滴二甲酚橙指示液(2 g/L),用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液($c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$)滴定至溶液呈亮黄色。

质量百分含量按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{V \cdot c \times 0.3793}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——三水合乙酸铅的质量百分含量, %;

V ——样品消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——样品的质量, g;

0.3793——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液($c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$)相当的,以克表示的三水合乙酸铅的质量。

4.2 杂质测定

样品称量须精确至 0.01 g。

4.2.1 澄清度试验

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中,加 0.5 mL 乙酸,其浊度不得大于 HG/T 3—1168 中规定的澄清度标准。

分析纯……………3号;

化学纯……………5号。

4.2.2 水不溶物

称取 20 g 样品,溶于 200 mL 水中,加 1 mL 乙酸,用已在(105±2)℃恒重的 4 号玻璃滤坩过滤,先以乙酸溶液(5%)洗涤滤渣至洗液无铅离子反应,再用水洗涤滤渣,于 105±2℃的电烘箱中干燥至恒重。结果按 GB/T 9738 中 7 章规定计算。

4.2.3 氯化物

称取 2 g 样品,溶于 20 mL 水后,按 GB/T 9729 规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量氯化物的杂质标准溶液：

分析纯·····0.01 mg Cl；
化学纯·····0.04 mg Cl。

与样品同时同样处理。

4.2.4 总氮量

称取 1 g 样品，溶于 140 mL 水后，按 GB/T 609 规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准。

分析纯·····0.01 mg N；
化学纯·····0.02 mg N。

与样品同时同样处理。

4.2.5 钠

按 GB/T 9723 规定测定，其中：

4.2.5.1 仪器条件

光源：钠空心阴极灯；
波长：589.0 nm；
火焰：乙炔-空气。

4.2.5.2 测定方法

称取 2 g 样品，溶于水，加 1 mL 乙酸，稀释至 100 mL。取 20 mL（化学纯，取 5 mL），共四份。按 GB/T 9723 中 6.2.2 条规定测定。

4.2.6 钾

按 GB/T 9723 规定测定，其中：

4.2.6.1 仪器条件

光源：钾空心阴极灯；
波长：766.5 nm；
火焰：乙炔-空气。

4.2.6.2 测定方法

同 4.2.5.2 条。

4.2.7 钙

按 GB/T 9723 规定测定，其中：

4.2.7.1 仪器条件

光源：钙空心阴极灯；
波长：422.7 nm；
火焰：乙炔-空气。

4.2.7.2 测定方法

称取 10 g 样品，溶于水，加 1 mL 乙酸，稀释至 100 mL。取 20 mL（化学纯取 5 mL），共四份。按 GB/T 9723 中 6.2.2 条规定测定。

4.2.8 铁

称取 0.5 g 样品，溶于适量水中，加 0.2 mL 乙酸，稀释至 15 mL。加 1 mL 抗坏血酸溶液（20 g/L）、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH4.5）、1 mL 邻菲罗啉溶液（2 g/L），稀释至 25 mL 摇匀，放置 15 min，溶液所呈红色不得深于标准。

标准是取含下列数量铁的杂质标准溶液：

分析纯·····0.005 mg Fe；
化学纯·····0.010 mg Fe。

与样品同时同样处理。

4.2.9 铜

按 GB/T 9723 规定测定,其中:

4.2.9.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯;

波长:324.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

4.2.9.2 测定方法

称取 20 g 样品,溶于水,加 1 mL 乙酸,稀释至 100 mL。取 20 mL(化学纯,取 4 mL),共四份。按 GB/T 9723 中 6.2.2 条规定测定。

5 检验规则

按 GB/T 619 规定进行采样及验收。

6 包装及标志

6.1 包装

按 HG/T 3—119 规定,其中:

内包装形式:G-3、Gz-3;

外包装形式:W-1;

包装单位:第 4 类。

6.2 标志

按 HG/T 3—119 规定,并注明“毒害品”及标志“密封”的字样。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由上海化学试剂四厂负责起草。

本标准主要起草人李宝桢。

本标准于 1959 年首次发布,于 1976 年修订。