

ICS 71.040.30
G 62
备案号:13248—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3469—2003
代替 HG/T 3469—1977

化 学 试 剂 黄色氧化汞

Chemical reagent
Mercury(II)oxide yellow

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准代替 HG/T 3469—1977。

本标准与 HG/T 3469—1977 相比主要变化如下：

——取消硝酸盐，改为控制总氮量，规格为分析纯 0.002 5%、化学纯 0.005%，按总氮量测定通用方法测定。

——铁测定由硫氰酸铵法改为通用方法。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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：北京化学试剂研究所、贵州铜仁化学试剂厂。

本标准主要起草人：郝玉林、王素芳、邝秀国。

本标准于 1960 年首次发布，1977 年第一次修订。

化 学 试 剂

黄色氧化汞

分子式: HgO

相对分子质量: 216.59 (根据 1997 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂黄色氧化汞的规格、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- 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 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 609 化学试剂 总氮量测定通用方法(idt ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 619 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696 : 1987)
- GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法(eqv ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法(eqv ISO 6353-1 : 1982)
- GB/T 9741 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1 : 1982)
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3484 化学试剂 澄清度标准的制定及测定方法(玻璃乳浊液法)

3 性状

本试剂为黄色或橙黄色粉末,几乎不溶于水,溶于稀硝酸、盐酸及甲酸,有毒。

4 规格

化学试剂黄色氧化汞应符合表 1 的规格。

表 1

项 目	分 析 纯	化 学 纯
含量(HgO), %	≥ 99.5	99.0
澄清度试验	合格	合格
灼烧残渣, %	≤ 0.03	0.06
氯化物(Cl), %	≤ 0.005	0.01
硫酸盐(SO_4), %	≤ 0.005	0.01
总氮量(N), %	≤ 0.0025	0.005
铁(Fe), %	≤ 0.002	0.005
其他重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.001	0.003

注:表中“%”指质量分数。

5 试验方法

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,样品称量均精确至 0.01g。

5.1 含量

称取 0.4g 样品(精确至 0.0001g)。溶于 3 mL 水和 25% 硝酸溶液 1 mL 中,加 100 mL 水、5 g 六次甲基四胺及 2g/L 二甲酚橙指示液 5 滴,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液由紫红色变为亮黄色。

氧化汞的质量分数 W ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氧化汞摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{HgO})=216.6$];

m ——样品质量的准确数值,单位为克(g)。

5.2 澄清度试验

称取 5 g 样品,溶于 20% 盐酸溶液 100 mL 中,加热至沸。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。

5.3 灼烧残渣

按图 1 所示连接灼烧汞盐装置。

称取 5 g 样品,置于已在 $700^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至恒量的蒸发皿中,在管式炉中缓缓加热至主体逸尽,并于 $700^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至恒量。结果按 GB/T 9741 的规定计算。

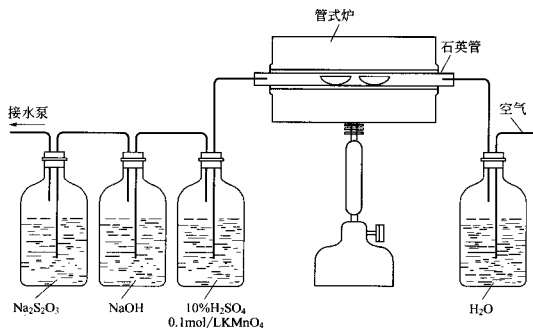


图 1 灼烧汞盐装置

保留残渣,用于铁的测定。

5.4 氯化物

5.4.1 溶液 I 的制备

称取 2 g 样品,溶于 2 mL 甲酸和 40 mL 水中,加 100g/L 氢氧化钠溶液 4 mL,小心加热至汞盐全部还原为金属汞,冷却,稀释至 50 mL,过滤。

5.4.2 测定

取 10 mL 溶液 I, 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浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯	0.02 mg Cl ₂
化学纯	0.04 mg Cl ₂

稀释至 10 mL, 与同体积溶液 I 同时同样处理。

5.5 硫酸盐

取 5 mL 溶液 I, 加 10 g/L 酚酞指示液 1 滴, 用 100 g/L 氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色, 稀释至 10 mL, 加 95% 乙醇 5 mL 及 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浊溶液。

标准比浊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

稀释至 10 mL, 与同体积试液同时同样处理。

5.6 总氮量

称取 0.4 g 样品, 溶于 20% 盐酸溶液 1 mL 中, 稀释至 140 mL 后, 按 GB/T 609 的规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的氮标准溶液:

分析纯	0.01 mg N
化学纯	0.02 mg N

与样品同时同样处理。

5.7 铁

在测定灼烧残渣后的残渣(5.3)中, 加 3 mL 盐酸及 1 mL 硝酸, 在水浴上蒸干, 残渣溶于 10% 盐酸溶液 1 mL 及适量热水中, 冷却, 稀释至 50 mL。取 5 mL, 稀释至 15 mL, 用 10% 氨水溶液将溶液 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色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

分析纯	0.010 mg Fe
化学纯	0.025 mg Fe

稀释至 15 mL, 用 15% 盐酸溶液将溶液 pH 值调至 2, 与调节后的试液同时同样处理。

5.8 其他重金属

按图 1 所示连接灼烧汞盐装置。

称取 1.5 g 样品, 置于蒸发皿中, 加 20% 盐酸溶液 3 mL, 溶解, 在水浴上蒸干, 在管式炉中缓缓加热至主体逸尽(此时温度不得超过 450℃), 冷却, 加 3 mL 盐酸及 1 mL 硝酸, 在水浴上蒸干, 残渣溶于 10% 盐酸溶液 1 mL 及 10 mL 热水中, 冷却, 用 10% 氨水溶液中和, 稀释至 20 mL, 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色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铅标准溶液:

分析纯	0.015 mg Pb
化学纯	0.045 mg Pb

稀释至 20 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。

包装单位:第 4 类。

内包装形式:NBV-4、NBV-5。

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式:WB-1。

标签应标明:“毒害品”。
