



中华人民共和国国家标准

GB/T 623—2024

代替 GB/T 623—2011

化学试剂 高氯酸

Chemical reagent—Perchloric acid

2024-09-29 发布

2025-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 623—2011《化学试剂 高氯酸》，与 GB/T 623—2011 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——更改了锰、铁、铜、银、铅的测定方法（见6.14，2011年版的5.14、5.15、5.16、5.17、5.18）；

——更改了包装及标志（见第8章，2011年版的第7章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会化学试剂分技术委员会（SAC/TC 63/SC 3）归口。

本文件起草单位：广东广试试剂科技有限公司、北京化学试剂研究所有限责任公司、广东光华科技股份有限公司、沧州鑫源泉化工有限公司、上海阿拉丁生化科技股份有限公司。

本文件主要起草人：张均祥、曹娟、吴荣辉、李炳华、赵季飞、王玉华、韩宝英、许彬、王增云、徐久振。

本文件于1965年首次发布，1977年第一次修订，1992年第二次修订，2011年第三次修订，本次为第四次修订。



化学试剂 高氯酸

警告：本文件规定的一些试验过程可能导致危险情况，使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件规定了化学试剂高氯酸的性状、技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

本文件适用于化学试剂高氯酸的检验。

注：化学试剂高氯酸分子式为 HClO_4 ，相对分子质量为 100.45（根据 2022 年国际相对原子质量），CAS 号为 7601-90-3。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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 605 化学试剂 色度测定通用方法
GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
GB/T 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法
GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
GB/T 9741—2008 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法
GB/T 9742 化学试剂 硅酸盐测定通用方法
GB 15258 化学品安全标签编写规定
GB 15346 化学试剂 包装及标志
GB/T 23942—2009 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则
HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 性状

高氯酸为无色透明液体，具有强腐蚀性和氧化性。与有机物、金属粉末接触，遇热极易引起爆炸。

5 技术要求

高氯酸的技术要求见表1。

表 1 高氯酸的技术要求

项 目	优 级 纯	分 析 纯
高氯酸 (HClO ₄)，w/%	70.0~72.0	70.0~72.0
色度，黑曾单位	≤10	≤15
乙醇不溶物，w/%	≤0.001	≤0.002
灼烧残渣（以硫酸盐计），w/%	≤0.003	≤0.006
氯酸盐 (ClO ₃)，w/%	≤0.001	≤0.002
氯化物 (Cl)，w/%	≤0.000 1	≤0.000 3
游离氯 (Cl)，w/%	≤0.000 5	≤0.001
硫酸盐 (SO ₄)，w/%	≤0.000 5	≤0.001
总氮量 (N)，w/%	≤0.000 5	≤0.001
磷酸盐 (PO ₄)，w/%	≤0.000 2	≤0.000 5
硅酸盐 (SiO ₃)，w/%	≤0.005	≤0.005
砷 (As)，w/%	≤0.000 005	—
锰 (Mn)，w/%	≤0.000 05	—
铁 (Fe)，w/%	≤0.000 05	≤0.000 1
铜 (Cu)，w/%	≤0.000 01	≤0.000 05
银 (Ag)，w/%	≤0.000 5	—
铅 (Pb)，w/%	≤0.000 01	≤0.000 05

6 试验方法

6.1 一般规定

本章中除另有规定外，所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，所用试剂均为分析纯及以上级别，样品均按精确至 0.01 g 称取或 0.1 mL 量取，所用溶液以百分数“%”表示的除“乙醇（95%）”外均为质量分数。

6.2 高氯酸

称取 5 g（约 2.8 mL）样品，注入已知质量的具塞称量瓶中，称量，精确至 0.000 1 g。加 50 mL 无二氧化碳的水及 2 滴甲基红指示液（1 g/L），用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈黄色。

高氯酸的质量分数（ w ），按式（1）计算：

$$w = \frac{VcM}{m \times 1\,000} \times 100\%$$

.....（1）

式中:

V —— 氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

M —— 高氯酸的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(\text{HClO}_4) = 100.4 \text{ g/mol}$];

m —— 样品的质量, 单位为克 (g)。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 2 次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.2%。

6.3 色度

量取 50 mL 样品, 注入 50 mL 比色管中, 按 GB/T 605 的规定测定。

6.4 乙醇不溶物

称取 100 g (约 60 mL) 样品, 加 60 mL “乙醇 (95%)”, 摇匀, 溶液不应有分层现象。用已在 105 °C~110 °C 恒量的 4 号玻璃滤坩过滤, 以 200 mL “乙醇 (95%)” 洗涤, 于 105 °C~110 °C 电烘箱中干燥至恒量。滤渣质量不应大于 1.0 mg (优级纯) 或 2.0 mg (分析纯)。

6.5 灼烧残渣

称取 40 g (约 24 mL) 样品, 置于已在 650 °C±50 °C 恒量的石英皿中, 按 GB/T 9741—2008 中 4.3 的规定测定, 结果按 GB/T 9741—2008 中第 5 章的规定计算。

6.6 氯酸盐

量取 6 mL (10 g) 样品, 稀释至 40 mL。加 2 mL 硝酸、0.1 g 亚硝酸钠及 2.5 mL 硝酸银溶液 (17 g/L), 摇匀, 放置 5 min。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.1 mg (优级纯) 或 0.2 mg (分析纯) 的氯酸盐 (ClO_3) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

6.7 氯化物

量取 6 mL (10 g) 样品, 稀释至 20 mL 后, 按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.01 mg (优级纯) 或 0.03 mg (分析纯) 的氯化物 (Cl) 标准溶液, 与样品同时同样处理。

6.8 游离氯

在 20 mL 新制备的无二氧化碳的水中逐滴加入 1.1 mL (1.8 g) [分析纯取 0.55 mL (0.9 g)] 样品, 同时不断振摇, 再加入 1 mL 碘化镉溶液 (100 g/L) 和 1 mL 淀粉指示液 (10 g/L), 于暗处放置 10 min。溶液呈蓝色时, 加入 0.05 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.005 \text{ mol/L}$], 蓝色应消失。

6.9 硫酸盐

量取 2.4 mL (4 g) 样品, 加适量水, 用氨水溶液 (10%) 中和, 稀释至 20 mL, 加 0.5 mL 盐酸溶液 (20%) 酸化后, 按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.02 mg (优级纯) 或 0.04 mg (分析纯) 的硫酸盐 (SO_4) 标准溶液, 稀释至 20 mL, 与同体积试液同时同样处理。

6.10 总氮量

量取 1.2 mL (2 g) 样品, 加适量水, 用氢氧化钠溶液 (100 g/L) 中和, 稀释至 140 mL 后, 置于凯氏仪中。加 5 mL 氢氧化钠溶液 (320 g/L)、2.0 g 定氮合金, 静置 1 h。加热蒸馏出 75 mL, 用盛有 5 mL 硫酸溶液 (0.5%) 的 100 mL 比色管接收。加 3 mL 氢氧化钠溶液 (320 g/L)、2 mL 纳氏试剂, 稀释至 100 mL, 摇匀。溶液所呈黄色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.01 mg (优级纯) 或 0.02 mg (分析纯) 的氮 (N) 标准溶液, 稀释至 140 mL, 与同体积试液同时同样处理。

6.11 磷酸盐

量取 2.4 mL (4 g) 样品, 加少量水及 2 滴饱和 2, 4-二硝基酚指示液, 用氨水调至黄色刚刚出现, 滴加硝酸溶液 (13%) 至黄色刚刚消失, 稀释至 20 mL, 取 10 mL, 按 GB/T 9727 的规定测定。有机相所呈蓝色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.004 mg (优级纯) 或 0.010 mg (分析纯) 的磷酸盐 (PO_4) 标准溶液, 加少量水及 2 滴饱和 2, 4-二硝基酚指示液, 滴加硝酸溶液 (13%) 至黄色刚刚消失, 稀释至 10 mL, 与同体积试液同时同样处理。

6.12 硅酸盐

量取 0.6 mL (1 g) 样品, 加少量水及 2 滴饱和 2, 4-二硝基酚指示液, 用氨水溶液 (10%) 调至黄色刚刚出现, 滴加硫酸溶液 (5%) 至黄色刚刚消失, 稀释至 50 mL, 取 10 mL, 按 GB/T 9742 的规定测定。溶液所呈蓝色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.01 mg 硅酸盐 (SiO_3) 标准溶液, 加少量水及 2 滴饱和 2, 4-二硝基酚指示液, 滴加硫酸溶液 (5%) 至黄色刚刚消失, 稀释至 10 mL, 与同体积试液同时同样处理。

6.13 砷

量取 12 mL (20 g) 样品, 注入石英皿中, 加 0.2 mL 硫酸, 蒸至近干, 冷却, 残渣溶于水, 稀释至 30 mL, 注入定砷瓶中, 按 GB/T 610—2008 中 4.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.001 mg 砷 (As) 标准溶液, 稀释至 30 mL, 与同体积试液同时同样处理。

6.14 锰、铁、铜、银、铅

6.14.1 火焰原子吸收光谱法 (仲裁法)

6.14.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.14.1.2 仪器条件

光源: 空心阴极灯。

波长: 锰 279.5 nm、铁 248.3 nm、铜 324.7 nm、银 328.1 nm、铅 283.3 nm。

火焰: 乙炔-空气。

6.14.1.3 测定方法

6.14.1.3.1 锰、铁

称取 20 g (12 mL) 样品, 注入石英皿中, 蒸干, 冷却。残渣溶于 1 mL 硝酸溶液 (25%) (必要

时加热)，稀释至 10 mL。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.14.1.3.2 银

称取 2 g (1.2 mL) 样品，注入石英皿中，蒸干，冷却。残渣溶于 1 mL 硝酸溶液 (25%) (必要时加热)，稀释至 10 mL。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.14.1.3.3 铜、铅

称取 50 g (30 mL) 样品，注入石英皿中，小火缓慢蒸至近干，冷却，再次加入 50 g (30 mL) 样品，重复以上操作至蒸干，冷却。残渣溶于 1 mL 硝酸溶液 (25%) (必要时加热)，稀释至 10 mL。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定测定，结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.14.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

6.14.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.14.2.2 仪器条件

推荐波长：锰 257.610 nm、铁 238.204 nm、铜 324.754 nm、银 328.068 nm、铅 220.353 nm。

入射功率：1 200 W。

观测高度：12 mm。

氩气流量：冷却气 12.0 L/min，辅助气 1.0 L/min，雾化气 0.7 L/min。

溶液提吸速率：1.2 mL/min。

分析时间：冲洗 30 s，曝光 5 s。

上述仪器条件可根据具体情况优化。

6.14.2.3 测定方法

6.14.2.3.1 锰、铁、铜、铅

称取 25 g (15 mL) 样品，注入石英皿中，蒸干，冷却。残渣溶于 10 mL 硝酸溶液 (2%) (必要时加热)，并用硝酸溶液 (2%) 稀释至 25 mL。按 GB/T 23942—2009 中 7.3.2 的规定测定，结果按 GB/T 23942—2009 中 7.3.4 的规定计算。

6.14.2.3.2 银

称取 5 g (3 mL) 样品，注入石英皿中，蒸干，冷却。残渣溶于 10 mL 硝酸溶液 (2%) (必要时加热)，并用硝酸溶液 (2%) 稀释至 25 mL。按 GB/T 23942—2009 中 7.3.2 的规定测定，结果按 GB/T 23942—2009 中 7.3.4 的规定计算。

7 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

8 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、第5类；
- 内包装形式：NB-21、NB-24、NB-27、NB-28；
- 隔离材料：GC-3、GC-4、GC-5；
- 中包装形式：ZB-4；
- 外包装形式：WB-1。

标签：符合 GB 15258 的规定，注明“氧化性物质”“腐蚀性物质”。



