



中华人民共和国国家标准

GB/T 623—2011
代替 GB/T 623—1992

化学试剂 高氯酸

Chemical reagent—Perchloric acid

(ISO 6353-2:1983, Reagents for chemical analysis—
Part 2: Specifications—First series, NEQ)

2011-05-12 发布

2011-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准与 ISO 6353-2:1983《化学分析试剂 第2部分:规格 第1系列》中 R21“高氯酸”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 623—1992《化学试剂 高氯酸》,与 GB/T 623—1992 相比主要变化如下:

- 调整了乙醇不溶物和灼烧残渣测定的取样量(1992 年版的 4.3.1、4.3.2,本版的 5.4、5.5);
- 完善了锰的测定方法(1992 年版的 4.3.10,本版的 5.14)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:上海化学试剂研究所。

本标准主要起草人:隋琦颖、盛晓华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 623—1965、GB/T 623—1977、GB/T 623—1992。

化学试剂 高氯酸

警告:本标准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的安全和健康措施。

分子式: HClO_4

相对分子质量: 100.46(根据 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中高氯酸的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂中高氯酸的检验。

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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法(GB/T 605—2006,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 3914—2008 化学试剂 阳极溶出伏安法通则(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法(GB/T 9727—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法(GB/T 9729—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法(GB/T 9739—2006,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9741—2008 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9742 化学试剂 硅酸盐测定通用方法(GB/T 9742—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色透明液体,具有强腐蚀性。与有机物、金属粉末接触,遇热极易引起爆炸。其密度(20℃)约为 1.75 g/mL。

4 规格

高氯酸的规格见表 1。

表 1

名 称	优 级 纯	分 析 纯
含量(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(以 SiO ₃ 计), 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

5 试验

5.1 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,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.1 mL 量取,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

量取 2.8 mL(约 5 g)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 , 数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{V \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——高氯酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{HClO}_4)=100.5$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.3 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。

5.4 乙醇不溶物

量取 60 mL(100 g)样品,加 60 mL“乙醇(95%)”,摇匀,溶液不得有分层现象。用已在 105 ℃~

110℃恒量的4号玻璃滤坩过滤,以200 mL“乙醇(95%)”洗涤,于105℃~110℃电烘箱中干燥至恒量。滤渣质量不得大于:

优级纯·····	1.0 mg;
分析纯·····	2.0 mg。

5.5 灼烧残渣

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

5.6 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酸盐标准溶液:

优级纯·····	0.1 mg ClO_3 ;
分析纯·····	0.2 mg ClO_3 。

与样品同时同样处理。

5.7 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:

优级纯·····	0.01 mg Cl;
分析纯·····	0.03 mg Cl。

与样品同时同样处理。

5.8 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。

5.9 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:

优级纯·····	0.02 mg SO_4 ;
分析纯·····	0.04 mg SO_4 。

稀释至20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.10 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:

优级纯·····	0.01 mg N;
分析纯·····	0.02 mg N。

稀释至140 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.11 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磷酸盐标准溶液:

优级纯.....0.004 mg PO_4 ;

分析纯.....0.010 mg PO_4 。

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。

5.12 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。溶液所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.01 mg 的硅酸盐(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。

5.13 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得深于标准比色溶液。

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

5.14 锰

量取 12 mL(20 g)样品,注入石英皿中,加 1 滴硫酸蒸至近干,冷却,残渣溶于水,稀释至 40 mL。加 10 mL 硝酸、5 mL 硫酸、3 mL 磷酸,煮沸 5 min,冷却,加 0.25 g 高碘酸钾,再煮沸 5 min,冷却后转移至比色管中,稀释至 40 mL。溶液所呈粉红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.01 mg 的锰(Mn)标准溶液,稀释至 40 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.15 铁

量取 6 mL(10 g)样品,注入石英皿中,加 1 mL 硝酸及 0.4 mL 无水碳酸钠溶液(50 g/L),蒸干。残渣溶于 1 mL 盐酸溶液(10%),稀释至 15 mL,用氨水溶液(10%)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:

优级纯.....0.005 mg Fe;

分析纯.....0.010 mg Fe。

稀释至 15 mL,用盐酸溶液(15%)将溶液的 pH 值调至 2,与同体积试液同时同样处理。

5.16 铜

按 GB/T 3914—2008 的规定测定。

5.16.1 仪器条件

预电解电位: -1.0 V;

扫描电位范围: -1.0 V ~ -0.05 V;

溶出峰电位: -0.35 V。

5.16.2 测定方法

按 GB/T 3914—2008 中 7.2 的规定测定。其中:电解质溶液为 40 mL 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]。样品溶液的制备是量取 3 mL(5 g)[分析纯量取 0.6 mL(1 g)]样品,注入石英皿中,蒸干。残渣用盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]溶解。结果按 7.3 的规定计算。

5.17 银

量取 0.6 mL (1 g) 样品, 注入石英皿中, 加 1 滴硫酸, 蒸至近干, 残渣溶于 20 mL 硫酸溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$] 中, 混匀, 加 5.0 mL 双硫脲-四氯化碳溶液 (0.01 g/L), 振摇 30 s。有机层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 0.005 mg 的银 (Ag) 标准溶液, 加 20 mL 硫酸溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$], 与同体积试液同时同样处理。

5.18 铅

按 GB/T 3914—2008 的规定测定。

5.18.1 仪器条件

预电解电位: -1.0 V ;

扫描电位范围: $-1.0\text{ V}\sim-0.05\text{ V}$;

溶出峰电位: -0.53 V 。

5.18.2 测定方法

同 5.16.2。

6 检验规则

按 HG/T 3921 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、贮存及运输, 并给出标志, 其中:

包装单位: 第 4、5 类;

内包装形式: NB-21、NB-23、NB-24、NB-27、NB-28;

隔离材料: GC-3、GC-4、GC-5;

外包装形式: WB-1;

标签: 符合 GB 15258 规定, 注明“氧化剂”。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化学试剂 高氯酸
GB/T 623—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43181 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 623-2011