



中华人民共和国国家标准

GB/T 651—2011
代替 GB/T 651—1993

化学试剂 碘酸钾

Chemical reagent—Potassium iodate

(ISO 6353-3:1987, Reagents for chemical analysis—
Part 3: Specifications—Second 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化学试剂 碘酸钾
GB/T 651—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 0.5 字数 9 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-43297 定价 14.00 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

前 言

本标准与 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂 第3部分:规格 第2系列》中 R83“磷酸钾”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 651—1993《化学试剂 磷酸钾》,与 GB/T 651—1993 相比主要变化如下:

- 澄清度试验的规格由“合格”调整为“2号”、“3号”(1993年版的3.3,本版的第4章);
- 项目名称“干燥失重”改为“干燥失量”(1993年版的3.3、4.3.3,本版的第4章、5.6);
- 水不溶物改用化学试剂通用方法测定(1993年版的4.3.2,本版的5.5);
- 改进了氯化物及氯酸盐的测定方法(1993年版的4.3.4,本版的5.7);
- 重金属的测定增加了硫化钠-丙三醇比色法(1993年版的4.3.10,本版的5.13);
- 修改了包装及标志(1993年版的第6章,本版的第7章)。

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。

本标准负责起草单位:浙江海川化学品有限公司。

本标准主要起草人:郑建华、张怀义。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 651—1965、GB/T 651—1977、GB/T 651—1993。

化学试剂 碘酸钾

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安全和健康措施。

分子式: KIO_3

相对分子质量:214.00(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碘酸钾的性状、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碘酸钾的检验。

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 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 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则(GB/T 9724—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 9735 化学试剂 重金属测定通用方法(GB/T 9735—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(GB/T 9738—2008,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 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 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为白色结晶粉末,溶于水,不溶于乙醇。

4 规格

碘酸钾的规格见表1。

表 1

名 称	优级纯	分析纯
含量(KIO_3), w/%	≥ 99.8	≥ 99.8
pH值(50 g/L, 25 °C)	5.0~7.0	5.0~7.0
澄清度试验/号	≤ 2	≤ 3

表 1 (续)

名 称	优级纯	分析纯
水不溶物, w/%	≤0.002	≤0.005
干燥失量, w/%	≤0.05	≤0.1
氯化物及氯酸盐(以 Cl 计), w/%	≤0.005	≤0.02
碘化物(I), w/%	≤0.001	≤0.002
硫酸盐(SO ₄), w/%	≤0.003	≤0.01
总氮量(N), w/%	≤0.002	≤0.003
钠(Na), w/%	≤0.01	≤0.02
铁(Fe), w/%	≤0.000 2	≤0.000 5
重金属(以 Pb 计), w/%	≤0.000 5	≤0.001

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 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

称取 1.2 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于水,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度。量取 25.00 mL,注入 500 mL 碘量瓶中,加 3 g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(20%),摇匀,于暗处放置 5 min,加 150 mL 水(不超过 10 ℃),用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$]滴定,近终点时,加 3 mL 淀粉指示液(5 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

碘酸钾的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 25/250 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——碘酸钾摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{6}\text{KIO}_3)=35.67$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.3 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.4 澄清度试验

称取 6 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:

优级纯 2 号;

分析纯 3 号。

5.5 水不溶物

称取 30 g 样品,溶于 500 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.6 干燥失量

称取 2 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于已在 130 ℃±2 ℃恒量的称量瓶中,于 130 ℃±2 ℃的电烘

箱中干燥至恒量。

干燥失量的质量分数 w_1 , 数值以“%”表示, 按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——干燥前样品质量的数值, 单位为(g);

m_2 ——干燥恒量后样品质量的数值, 单位为(g)。

5.7 氯化物及氯酸盐

称取 0.5 g 样品, 溶于 15 mL 温水中, 在不断摇动下滴加亚硫酸(约 10 mL)至溶液澄清, 缓缓加热煮沸, 使过量二氧化硫逸出, 冷却。加 5 mL 氨水及 10 mL 水, 在搅拌下滴加 8 mL 硝酸银溶液(50 g/L)。过滤, 洗涤, 合并滤液及洗液, 稀释至 100 mL。取 20 mL, 加 5 mL 硝酸溶液(25%), 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:

优级纯 0.005 mg Cl;

分析纯 0.020 mg Cl。

加 15 mL 水、1 mL 氨水、5 mL 硝酸溶液(25%)及 1 mL 硝酸银溶液(50 g/L), 稀释至 25 mL, 摇匀, 与同体积试液同时放置 10 min 后比浊。

5.8 碘化物

称取 5 g 样品, 加热溶于 75 mL 水中, 冷却, 加 0.5 mL 硫酸溶液(20%), 用 10 mL 三氯甲烷萃取, 静置分层。有机相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碘化物标准溶液:

优级纯 0.05 mg I;

分析纯 0.10 mg I。

加 0.1 g 样品, 稀释至 75 mL, 与同体积样品溶液同时同样处理。

5.9 硫酸盐

称取 0.5 g 样品, 加 5 mL 盐酸, 在水浴上蒸干, 加 2 mL 盐酸再蒸干, 重复处理至残渣变白。残渣溶于 20 mL 水中(必要时过滤), 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。必要时做空白试验。

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 0.015 mg SO₄;

分析纯 0.050 mg SO₄。

稀释至 20 mL, 与同体积试液同时同样处理。

5.10 总氮量

称取 1 g 样品, 置于凯氏仪中, 加 140 mL 水溶解, 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 0.02 mg N;

分析纯 0.03 mg N。

与样品同时同样处理。

5.11 钠

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

GB/T 651—2011

5.11.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯;
波长:589.0 nm;
火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定方法

称取 1 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL,共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.12 铁

称取 1 g 样品,加 10 mL 盐酸及 2 滴硫酸,在水浴上蒸发至干,用 10 mL 盐酸分两次处理至残渣变白。残渣溶于水(必要时过滤),稀释至 15 mL,用氨水溶液(10%)调节溶液的 pH 值至 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	0.002 mg Fe;
分析纯	0.005 mg Fe。

加 20 mL 盐酸及 2 滴硫酸,在水浴上蒸至近干,稀释至 15 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.13 重金属

称取 4 g 样品,加 20 mL 盐酸,在水浴上蒸干。用 10 mL 盐酸分几次处理至残渣变白。残渣溶于水,用氨水溶液(10%)调节溶液的 pH 值至 4,稀释至 20 mL。取 15 mL,加 0.2 mL 乙酸溶液(30%),稀释至 25 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剩余的 5 mL 样品溶液及含下列数量的铅标准溶液:

优级纯	0.01 mg Pb;
分析纯	0.02 mg Pb。

稀释至 15 mL,与同体积试液同时同样处理。

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、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 3、4 类;

内包装形式:NB Y-4、NB Y-5;

隔离材料:GC-1、GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3;

标签:按 GB 15258 的规定,注明“氧化剂”。



GB/T 651—2011

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-43297

定价: 14.00 元