



中华人民共和国国家标准

GB/T 664—2011
代替 GB/T 664—1993

化 学 试 剂 七水合硫酸亚铁(硫酸亚铁)

Chemical reagent—Iron(Ⅱ)sulfate heptahydrate

(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 发布
中国国家标准化管理委员会

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 R69“七水合硫酸亚铁”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 664—1993《化学试剂 七水合硫酸亚铁(硫酸亚铁)》,与 GB/T 664—1993 相比主要变化如下:

- 水不溶物改用化学试剂通用方法测定(1993年版的4.2.1,本版的5.4);
- 调整了氯化物测定中化学纯的取样量(1993年版的4.2.2,本版的5.5);
- 修改了包装及标志(1993年版第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:汕头市西陇化工厂有限公司。

本标准参加起草单位:广东省汕头市质量计量监督检测所。

本标准主要起草人:余辣娇、王军波、余少丹、陈敏、陈晓红、刘莉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 664—1965、GB/T 664—1977、GB/T 664—1993。

化 学 试 剂

七水合硫酸亚铁(硫酸亚铁)

分子式: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 278.02 (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七水合硫酸亚铁的性状、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七水合硫酸亚铁的检验。

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 609 化学试剂 总氮量测定通用方法(GB/T 609—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 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 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 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 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

本试剂为淡蓝绿色结晶。在空气中风化和被氧化,溶于水,不溶于乙醇。

4 规格

七水合硫酸亚铁的规格见表 1。

表 1

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), w/%	99.0~101.0	98.0~101.0
水不溶物, w/%	≤0.005	≤0.02
氯化物(Cl), w/%	≤0.001	≤0.005
总氮量(N), w/%	≤0.001	—
磷酸盐(PO_4), w/%	≤0.000 5	≤0.002

表 1 (续)

名 称	分 析 纯	化 学 纯
砷(As), $w/\%$	$\leq 0.000\ 2$	$\leq 0.000\ 2$
锰(Mn), $w/\%$	≤ 0.05	—
高铁(Fe), $w/\%$	≤ 0.02	≤ 0.10
铜(Cu), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.01
锌(Zn), $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.02
铅(Pb), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.005
氨水不沉淀物(以硫酸盐计), $w/\%$	≤ 0.05	≤ 0.2

5 试验

5.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的的安全和健康措施。

5.2 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。

5.3 含量

称取 1 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 100 mL 无氧的水中,加 10 mL 硫酸、5 mL 磷酸,立即用高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.1\text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s。

七水合硫酸亚铁的质量分数 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 ——高锰酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——七水合硫酸亚铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 278.0$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 水不溶物

称取 50 g 样品,溶于 200 mL 水及 2 mL 硫酸中,在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.5 氯化物

5.5.1 不含氯化物的七水合硫酸亚铁溶液的制备

称取 10 g 七水合硫酸亚铁,溶于 150 mL 水中,加 42.5 mL 硝酸溶液(25%),在水浴上加热至二氧化氮逸尽,煮沸 2 min,冷却,加 5 mL 硝酸银溶液(17 g/L),稀释至 250 mL,摇匀,放置 12 h~18 h,过滤。

5.5.2 测定方法

称取 2 g(化学纯取 1 g)样品,溶于 20 mL 水中,加 8.5 mL 硝酸溶液(25%),在水浴上加热至二氧化氮逸尽,煮沸 2 min,冷却(必要时过滤),稀释至 50 mL,加 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),摇匀。在振摇下滴加 3 mL 氨水,加 9 mL 硝酸溶液(25%),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 50 mL 不含氯化物的七水合硫酸亚铁溶液及含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯·····0.02 mg Cl₂;

化学纯·····0.05 mg Cl₂。

在振摇下滴加 3 mL 氨水,加 9 mL 硝酸溶液(25%),与试液同时放置 10 min 后比浊。

5.6 总氮量

称取 2 g 样品,溶于 20 mL 水及 0.2 mL 硫酸溶液(20%)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 0.02 mg 的氮(N)标准溶液,与样品同时同样处理。

5.7 磷酸盐

称取 1 g 样品,溶于 5 mL 水及 2 mL 硝酸中,加热至二氧化氮逸尽,煮沸 2 min,冷却,稀释至 10 mL,滴加氨水至溶液刚出现沉淀(此时溶液的 pH 值为 2~3),加 10 mL 硝酸溶液(13%)后,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:

分析纯·····0.005 mg PO₄;

化学纯·····0.020 mg PO₄。

稀释至 10 mL,加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加硝酸溶液(13%)至溶液黄色刚刚消失,与刚出现沉淀的试液同时同样处理。

5.8 砷

称取 1 g 样品,溶于 30 mL 水及 0.1 mL 硫酸溶液(20%)后,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 0.002 mg 的砷(As)标准溶液,与样品同时同样处理。

5.9 锰

称取 0.5 g 样品,溶于 10 mL 水及 1 mL 硫酸中,稀释至 50 mL。取 10 mL,稀释至 40 mL,加 5 mL 硝酸、5 mL 磷酸及 1 g 高碘酸钾,加热至碘蒸气逸尽,煮沸 2 min,置于水浴上保温 30 min,冷却,稀释至 100 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 0.05 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。

5.10 高铁

称取 1 g 样品,溶于 100 mL 无氧的水中。取 20 mL,立即加入 1 mL 硫酸溶液 $[c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}]$ 、30 mL 无氧的水及 2 mL 饱和水杨酸溶液,摇匀。溶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下列数量的铁标准溶液:

分析纯·····0.04 mg Fe;

化学纯·····0.20 mg Fe。

稀释至 20 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.11 铜

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.11.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯;

波长:324.8 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定方法

称取 10 g(化学纯取 5 g)样品,溶于水,加 4 mL 盐酸,稀释至 100 mL。取 20 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。

GB/T 664—2011

5.12 锌

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.12.1 仪器条件

光源:锌空心阴极灯;

波长:213.9 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.12.2 测定方法

称取 2 g(化学纯取 1 g)样品,溶于水,加 4 mL 盐酸,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。

5.13 铅

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.13.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;

波长:283.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.13.2 测定方法

称取 2 g 样品,溶于 10 mL 水中,加 3 mL 硝酸,加热至二氧化氮逸尽,煮沸 2 min,冷却,加 15 mL 盐酸,摇匀,稀释至 30 mL。取 15 mL,置于 50 mL 分液漏斗中,加 20 mL 4-甲基-2-戊酮,振摇 1 min,静置分层,取水相置于 50 mL 烧杯中,于低温电炉上蒸发至约剩 2 mL,移入 10 mL 容量瓶中,稀释至刻度。按 GB/T 9723 中 7.2.1 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.14 氨水不沉淀物

称取 5 g 样品,溶于 70 mL 水中,加 7 mL 硝酸,煮沸,在搅拌下注入混合液(50 mL 无二氧化碳水和 20 mL 无碳酸盐的氨水)中,过滤,以热水洗涤至滤液体积达 150 mL。取 60 mL 滤液,于水浴上蒸至近干,加热除去铵盐,于 800 °C 灼烧至恒量。残渣质量不得大于:

分析纯.....1.0 mg;

化学纯.....4.0 mg。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行取样及验收。

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 4、5 类;

内包装形式:NB Y-4、NB Y-5、NB Y-7、NB Y-8、NB Y-11、NB Y-13、NB Y-15;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。