



中华人民共和国国家标准

GB/T 625—2007
代替 GB/T 625—1989

化学试剂 硫酸

Chemical reagent—Sulfuric acid

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

2007-10-25 发布

2008-04-01 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 R37“硫酸”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 625—1989《化学试剂 硫酸》,与 GB/T 625—1989 相比主要变化如下:

- 外观改为色度(1989年版的3.2、4.2,本版的第4章、5.3);
- 调整了灼烧残渣优级纯取样量(1989年版的4.3.1,本版的5.4);
- 调整了氯化物取样量(1989年版的4.3.2,本版的5.5);
- 增加了铜、铅火焰原子吸收光谱测定方法(本版的5.9.2、5.11.2)。

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(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准负责起草单位:沈阳化学试剂厂。

本标准参加起草单位:宜兴市第二化学试剂厂、北京世纪科博科技发展有限公司。

本标准主要起草人:鞠天宝、杨玉华、黄玉娟、陆正辉、郭雯。

本标准于1965年首次发布,于1977年第一次修订、1989年第二次修订。

化学试剂 硫酸

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: H_2SO_4

相对分子质量:98.08(根据 2003 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂——硫酸的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂——硫酸的检验。

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 610.2 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)(GB/T 610.2—1988,eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 3914—1983 化学试剂 阳极溶出伏安法通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

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—1988 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

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,能与水或乙醇相混合,同时放出大量热,暴露空气中则迅速吸水,其密度为 1.84 g/mL。

4 规格

硫酸的规格见表 1。

表 1 硫酸的规格

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
含量(H_2SO_4), w/%	95.0~98.0	95.0~98.0	95.0~98.0
色度, 黑曾单位	≤10	≤10	≤15

表 1(续)

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
灼烧残渣(以硫酸盐计),w/%	≤0.000 5	≤0.001	≤0.005
氯化物(Cl),w/%	≤0.000 02	≤0.000 03	≤0.000 05
硝酸盐(NO ₃),w/%	≤0.000 02	≤0.000 05	≤0.000 5
铵盐(NH ₄),w/%	≤0.000 1	≤0.000 2	≤0.001
铁(Fe),w/%	≤0.000 02	≤0.000 05	≤0.000 1
铜(Cu),w/%	≤0.000 01	≤0.000 01	≤0.000 1
砷(As),w/%	≤0.000 001	≤0.000 003	≤0.000 005
铅(Pb),w/%	≤0.000 01	≤0.000 01	≤0.000 1
还原高锰酸钾物质(以 SO ₂ 计),w/%	≤0.000 2	≤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 0.1 mL 量取,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

称取 2 g(约 1.1 mL)样品,精确至 0.000 1 g,注入盛有 50 mL 水的具塞轻体锥形瓶中,冷却,加 2 滴甲基红指示液(1 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.0\text{ mol/L}$]滴定至溶液呈黄色。

硫酸的质量分数“ w ”数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{VcM}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

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 ——硫酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=49.04$];
- 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,沿比色管直径对光观察,与同体积水比较,应透明无机械杂质;在白色背景下,沿比色管轴线方向观察,样品颜色不得深于 GB/T 605 规定的下列色度标准:

- 优级纯、分析纯 10 黑曾单位;
- 化学纯 15 黑曾单位。

5.4 灼烧残渣

量取 55 mL(100 g)[优级纯量取 110 mL(200 g)]样品,置于已在 650℃±50℃恒重的石英皿中,按 GB/T 9741—1988 中 4.3 的规定测定,结果按第 5 章中式(2)计算。

5.5 氯化物

量取 27.2 mL(50 g)样品,注入 20 mL 水中,稀释至 50 mL,冷却,加 4 mL 硝酸溶液(25%)及 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),摇匀,放置 10 min,溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯	0.010 mgCl ₂ ;
分析纯	0.015 mgCl ₂ ;
化学纯	0.025 mgCl ₂ 。

稀释至 50 mL, 与同体积样品溶液同时同样处理。

5.6 硝酸盐

5.6.1 不含硝酸盐的硫酸的制备

将硫酸(优级纯)按 1+1 稀释后, 加热冒强烈的硫酸蒸气, 冷却。重复处理一次。

5.6.2 测定方法

量取 15 mL 水, 加 0.2 mL 马钱子碱溶液(50 g/L), 在摇动下加 27.2 mL(50 g)[化学纯 10.9 mL (20 g)]样品, 冷却, 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硝酸盐标准溶液:

优级纯	0.010 mgNO ₃ ;
分析纯	0.025 mgNO ₃ ;
化学纯	0.10 mgNO ₃ 。

稀释至 15 mL, 加入 0.2 mL 马钱子碱溶液(50 g/L), 在摇动下加入 27.2 mL[化学纯 10.9 mL(20 g)]不含硝酸盐的硫酸。

5.7 铵盐

量取 5.5 mL(10 g)样品, 注入盛有 15 mL 无氨的水的支管蒸馏瓶中, 用无氨的氢氧化钠溶液(320 g/L)调节溶液 pH 值 6~7(约 24 mL), 稀释至 140 mL。沿壁加入 5 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L), 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)及 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铵标准溶液:

优级纯	0.01 mgNH ₄ ;
分析纯	0.02 mgNH ₄ ;
化学纯	0.10 mgNH ₄ 。

稀释至 140 mL, 与同体试液同时同样处理。

5.8 铁

量取 5.5 mL(10 g)样品, 注入石英皿中, 加热至近干, 冷却, 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	0.002 mgFe;
分析纯	0.005 mgFe;
化学纯	0.010 mgFe。

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

5.9 铜

5.9.1 阳极溶出伏安法(仲裁法)

按 GB/T 3914—1983 的规定测定。

5.9.1.1 仪器条件

预电解电位: -1.0 V;

扫描电位范围: -1.0~-0.05 V;

溶出峰电位: -0.2 V。

5.9.1.2 测定方法

量取 2.7 mL(5 g)[化学纯量取 0.6 mL(1 g)]样品,注入石英皿中,加热至硫酸蒸气逸尽,冷却。残渣溶于 30 mL 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$],置于电解池中,按 GB/T 3914—1983 中 6.1 的规定:从“通入适当时间氮气”开始,同时做空白试验,结果按 6.2 的规定计算。

5.9.2 火焰原子吸收光谱法

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.9.2.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯;

波长:324.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.9.2.2 测定方法

量取 27.2 mL(50 g)样品,注入石英皿中,加 0.1 g 无水碳酸钠,加热至硫酸蒸气逸尽,用热水溶解残渣,稀释至 10 mL。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.10 砷

量取 27.2 mL(50 g)样品,注入石英皿中,加 0.5 g 无水碳酸钠,加热至硫酸蒸气逸尽,冷却,残渣溶于 20 mL 水中,注入定砷瓶中,按 GB/T 610.2 的规定测定,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砷标准溶液:

优级纯	0.000 5 mgAs;
分析纯	0.001 5 mgAs;
化学纯	0.002 5 mgAs。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.11 铅

5.11.1 阳极溶出伏安法(仲裁法)

按 GB/T 3914—1983 的规定测定。

5.11.1.1 仪器条件

预电解电位:—1.0 V;

扫描电位范围:—1.0~—0.05 V;

溶出峰电位:—0.5 V。

5.11.1.2 测定方法

同 5.9.1.2。

5.11.2 火焰原子吸收光谱法

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.11.2.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;

波长:283.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.11.2.2 测定方法

量取 27.2 mL(50 g)样品,注入石英皿中,加 0.1 g 无水碳酸钠,加热至硫酸蒸气逸尽,用 5 mL 硝酸溶液(25%)溶解残渣,稀释至 10 mL。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.1 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.12 还原高锰酸钾物质

量取 35 mL(64 g)样品,缓缓注入 90 mL 水中,冷却至 25℃,加入下列数量的高锰酸钾标准滴定溶

液 $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.01\text{ mol/L}]$ 。

优级纯	0.4 mL;
分析纯	1.0 mL;
化学纯	2.0 mL。

摇匀,5 min 内粉红色不得消失。

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 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“腐蚀品”。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化学试剂 硫酸
GB/T 625—2007

*

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 10 千字
2008年1月第一版 2008年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30403 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



GB/T 625-2007