

ICS 71.040.30

G 62

备案号:13240—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3447—2003

代替 HG/T 3447—1976

化学试剂 发烟硝酸

Chemical reagent

Nitric acid fuming

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准给出分析纯一个级别。

本标准代替 HG/T 3447—1976。

本标准与 HG/T 3447—1976 相比主要变化如下：

——含量测定中指示剂由“甲基橙”改为“溴甲酚绿-甲基红指示液”。

——将项目“不挥发物”改为“蒸发残渣”，并采用通用方法。

——铁测定由硫氰酸铵法改为通用方法。

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归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所、上海试四赫维化工有限公司。

本标准主要起草人：郝玉林、王素芳、贾玲。

本标准于 1976 年首次发布。

化学试剂 发烟硝酸

分子式: HNO_3

相对分子质量: 63.01 (根据 1997 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂发烟硝酸的规格、试验方法、检验规则和包装及标志。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 610.1 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)
- GB/T 619 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696: 1987)
- GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法(eqv ISO 6353-1: 1982)
- GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法(eqv ISO 6353-1: 1982)
- GB/T 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1: 1982)
- GB 15346 化学试剂 包装及标志

3 性状

本试剂为淡黄色或红褐色透明液体,密度约为 1.50 g/mL。

4 规格

化学试剂发烟硝酸应符合表 1 的规格。

表 1

项 目	分 析 纯
含量(HNO_3), %	≥ 95.0
蒸发残渣, %	≤ 0.003
氯化物(Cl), %	≤ 0.0001
硫酸盐(SO_4), %	≤ 0.001
铁(Fe), %	≤ 0.0001
砷(As), %	≤ 0.000003
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.0003

注:表中“%”指质量分数。

5 试验方法

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,样品量取均精确至 0.1 mL。

5.1 含量

先称量轻体安瓿球,用火在球部加热,小心吸入约 1.5 g 样品,并将开口处在火上密封,冷却,再称量,两次称量均精确至 0.000 1 g。将安瓿球倾斜地放入盛有 100 mL 水的具塞锥形瓶中,盖紧。用力振摇使安瓿球破裂,冷却。加 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈绿色。

发烟硝酸的质量分数 W ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——氢氧化钠标准滴定溶液体积的准确数值,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 ——硝酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{HNO}_3) = 63.01$];

m ——样品质量的准确数值,单位为克(g)。

5.2 蒸发残渣

量取 33 mL(50 g)样品,置于铂皿或石英皿中,按 GB/T 9740 的规定测定。

5.3 氯化物

量取 6.7 mL(10 g)样品,稀释至 25 mL,加 17 g/L 硝酸银溶液 1 mL,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 0.01 mg 氯化物(Cl)标准溶液,加 25%硝酸溶液 2 mL,与样品同时同样处理。

5.4 硫酸盐

量取 3.5 mL(5 g)样品,加 50 g/L 碳酸钠溶液 0.2 mL,在水浴上蒸干,残渣溶于水(必要时过滤),稀释至 25 mL,加 10%盐酸溶液 1 mL,于 30℃~35℃水浴中保温 10 min,加 250 g/L 氯化钡溶液 3 mL,摇匀,放置 30 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 0.05 mg 硫酸盐(SO_4)标准溶液,稀释至 25 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.5 铁

量取 3.5 mL(5 g)样品,在水浴上蒸干,残渣溶于适量水,稀释至 15 mL,用 15%盐酸溶液将溶液 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 0.005 mg 铁(Fe)标准溶液,稀释至 15 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.6 砷

量取 67 mL(100 g)样品,加 5 mL 硫酸,加热至硫酸蒸气开始逸出,冷却。缓缓加入 10 mL 水,再加热至硫酸蒸气开始逸出,冷却,稀释至 70 mL 后,按 GB/T 610.1 的规定测定。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准比色试纸。

标准比色试纸的制备是取含 0.003 mg 砷(As)标准溶液,稀释至 70 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.7 重金属

量取 3.5 mL(5 g)样品,在水浴上蒸干,残渣加 20%盐酸溶液 5 滴及 10 mL 水溶解,用 10%氨水溶液中和,稀释至 20 mL,加 30%乙酸溶液 0.2 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含 0.015 mg 铅(Pb)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样

处理。

6 检验规则

按 GB/T 619 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。

包装单位:第 4、5 类。

内包装形式:NB-17、NB-18、NB-19,外套黑塑料袋橡皮筋扎口。

隔离材料:GC-5。

外包装形式:WB-1。

标签应注明:“氧化剂”、“腐蚀品”。
