

GB 12595—2008

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:324.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定方法

同 5.10.2。

5.12 铅

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.12.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;

波长:283.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.12.2 测定方法

同 5.10.2。

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、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 3 类;

内包装形式:NB-4、NB-5;

外包装形式:用规格为 600 g/m² 的盒板纸制盒,外层裱紫色电光纸。

标签:按 GB 15258 的规定,注明“氧化剂”。

GB 12595—2008

ICS 71.040.30
G 61



中华人民共和国国家标准

GB 12595—2008
代替 GB 12595—1990

工作基准试剂 硝酸银

Working chemical—Silver nitrate



GB 12595—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-33562

定价: 10.00 元

2008-06-18 发布

2009-06-01 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
工作基准试剂 硝酸银
GB 12595—2008

*
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
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

*
书号: 155066·1-33562 定价 10.00 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

5.5 澄清度试验

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 水中,加 0.1 mL 硝酸溶液(25%),摇匀,其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的澄清度标准 2 号。

5.6 干燥失量

称取 5.5 g 样品,精确到 0.000 1 g,置于已在硫酸干燥器中恒量的称量瓶中,于硫酸干燥器中干燥至恒量。保留恒量后的样品用于含量测定。

干燥失量的质量分数 w_1 ,数值以“%”表示,按式(2)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前样品质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥恒量后样品质量的数值,单位为克(g)。

5.7 盐酸不沉淀物

称取 25 g 样品,溶于 200 mL 水中,加 0.25 mL 硝酸溶液(25%),稀释至 250 mL,加 4 mL 硝酸溶液(25%),稀释至 400 mL,煮沸,在搅拌下滴加 30 mL 盐酸溶液(20%),在水浴上加热,继续搅拌,直至沉淀形成较大凝乳状颗粒。于暗处放置 2 h,稀释至 500 mL,过滤,取 400 mL,置于已在 105 °C ± 2 °C 的恒量的蒸发皿中,蒸干,于 105 °C ± 2 °C 的电烘箱中干燥至恒量。同时做空白试验。样品残渣与空白试验的残渣质量之差不得大于 1.0 mg。

5.8 氯化物

5.8.1 不含氯化物的硝酸银溶液的制备

称取 10 g 样品,溶于 80 mL 水中,加 5 mL 硝酸,稀释至 100 mL,摇匀,在暗处放置 10 min,用无氯滤纸过滤。

5.8.2 测定方法

称取 2 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 1 mL 硝酸,稀释至 25 mL,摇匀,在暗处放置 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 20 mL 不含氯化物的硝酸银溶液及含 0.01 mg 的氯化物(Cl)标准溶液,稀释至 25 mL,与同体积试液同时放置 10 min,比浊。

5.9 硫酸盐

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 0.5 mL 乙酸溶液(30%)酸化。

将 0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液(0.2 g/L)与 1 mL 饱和硝酸钡溶液混合(晶种液),准确放置 1 min。加入上述已酸化的试液,稀释至 25 mL,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 0.02 mg 的硫酸盐(SO₄)标准溶液,与样品同时同样处理。

5.10 铁

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.10.1 仪器条件:

光源:铁空心阴极灯;

波长:248.3nm;

火焰:乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

称取 25 g 样品,溶于 20 mL 水中,在不断搅拌下滴加抗坏血酸溶液(400 g/L)至沉淀完全(约 60 mL),继续搅拌 10 min,过滤,用抗坏血酸溶液(10 g/L)洗涤滤渣,将滤液稀释至 100 mL,取 20 mL,共四份,一份不加标准溶液,二、三、四份加入成比例的标准溶液,稀释至 25 mL,以空白溶液调零。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。

表 1 (续)

名 称	工作基准
盐酸不沉淀物, $w/\%$	≤ 0.005
氯化物(Cl), $w/\%$	$\leq 0.000 5$
硫酸盐(SO ₄), $w/\%$	≤ 0.002
铁(Fe), $w/\%$	$\leq 0.000 2$
铜(Cu), $w/\%$	$\leq 0.000 5$
铅(Pb), $w/\%$	$\leq 0.000 5$

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准溶液、制剂及制品,均按 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 含量的测定

按 GB 10737—2007 的规定测定。

5.2.1 氯化钠基准溶液 [$b(\text{NaCl}) = 0.1 \text{ mol/kg}$] 的制备

按 GB 10737—2007 附录 A 的规定配制。

5.2.2 测定

称取 0.5 g 测定干燥失量后的样品,精确到 0.000 01 g,置于反应瓶中,溶于 70 mL 水,加 10 mL 淀粉溶液(10 g/L),用 216 型银电极作指示电极,用 217 型双盐桥饱和甘汞电极(外盐桥套管内装有饱和硝酸钾溶液)作参比电极,用氯化钠基准溶液 [$b(\text{NaCl}) = 0.1 \text{ mol/kg}$] 滴定至终点。称量氯化钠基准溶液的质量,应精确至 0.000 1 g。

硝酸银的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 \times w_b \times m_4 \times M_G}{m_2 \times m_3 \times M_B} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——配制基准溶液时称取标准物质氯化钠质量的数值,单位为克(g);

w_b ——标准物质氯化钠的含量(质量分数),数值以“%”表示;

m_4 ——滴定样品时,氯化钠基准溶液质量的数值,单位为克(g);

M_G ——硝酸银摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{AgNO}_3) = 169.87$];

m_2 ——配制的氯化钠基准溶液质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——样品质量的数值,单位为克(g);

M_B ——标准物质氯化钠摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{NaCl}) = 58.44$]。

式(1)中: m_1 、 m_2 、 m_3 、 m_4 在带入公式前,应按 GB 10737—2007 附录 D 的规定进行浮力校正。硝酸银的密度为 4.45 g/cm³。

5.3 外观

无色或白色结晶,不得有暗色。

5.4 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定,其中参比电极用 217 型双盐桥饱和甘汞电极(外盐桥套管内装饱和硝酸铵或硝酸钾溶液)。

前 言

本标准第 4 章、5.2.1 条和 5.2.2 条为强制性,其他条文为推荐性。

本标准代替 GB 12595—1990《工作基准试剂(容量)硝酸银》,与 GB 12595—1990 相比主要变化如下:

- 标准名称修改为《工作基准试剂 硝酸银》;
- 修改了含量的测定方法(1990 年版的 4.1,本版的 5.3);
- 项目名称“水溶液反应”改为“pH 值”(1990 年版的 3.3、4.3,本版的 4、5.4);
- 修改了铁、铜、铅的测定方法(1990 年版的 4.4.6、4.4.7、4.4.8,本版的 5.10、5.11、5.12);
- 取消了“附录 A 基准溶液的配制(补充件)”(1990 年版的附录 A)。

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:北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人:韩宝英、强京林。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 12595—1977、GB 12595—1990。