



中华人民共和国国家标准

GB/T 661—2011
代替 GB/T 661—1992

化 学 试 剂 六水合硫酸铁(Ⅱ)铵(硫酸亚铁铵)

Chemical reagent—Ammonium iron (Ⅱ) sulfate hexahydrate

(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

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 R42“六水合硫酸铁(Ⅱ)铵”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 661—1992《化学试剂 六水合硫酸铁(Ⅱ)铵(硫酸亚铁铵)》,与 GB/T 661—1992 相比主要变化如下:

- pH 值 3~5 调整为 pH 值 3.0~5.0(1992 年版的 3.2,本版的第 4 章);
- 锌分析纯的规格由“0.005%”提高到“0.003%”(1992 年版的 3.3,本版的第 4 章);
- 改进氯化物的测定方法(1992 年版的 4.3.2,本版的 5.6);
- 调整了锌测定的取样量(1992 年版的 4.3.7,本版的 5.11);
- 调整了铅测定方法中的萃取次数(1992 年版的 4.3.8,本版的 5.12)。

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。

本标准起草单位:上海试四赫维化工有限公司。

本标准主要起草人:贾玲。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 661—1965、GB/T 661—1977、GB/T 661—1992。

化 学 试 剂

六水合硫酸铁(Ⅱ)铵(硫酸亚铁铵)

分子式: $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 392.14(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六水合硫酸铁(Ⅱ)铵的性状、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六水合硫酸铁(Ⅱ)铵的检验。

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 化学试剂 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 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

本试剂为浅蓝绿色结晶,在空气中逐渐被氧化。溶于水,不溶于醇。

4 规格

六水合硫酸铁(Ⅱ)铵的规格见表 1。

表 1

名 称	分析纯	化学纯
含量 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, w/%	≥ 99.5	≥ 99.0
pH 值(50 g/L, 25 °C)	3.0~5.0	3.0~5.0
水不溶物, w/%	≤ 0.005	≤ 0.02
氯化物(Cl), w/%	≤ 0.001	≤ 0.005

表 1 (续)

名 称	分析纯	化学纯
磷酸盐(PO_4), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.002
锰(Mn), $w/\%$	≤ 0.05	—
高铁(Fe), $w/\%$	≤ 0.01	≤ 0.02
铜(Cu), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.01
锌(Zn), $w/\%$	≤ 0.003	≤ 0.02
铅(Pb), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.004
氨水不沉淀物(以硫酸盐计), $w/\%$	≤ 0.1	≤ 0.2

5 试验

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,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 1.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 100 mL 无氧的水中,加 5 mL 硫酸、2 mL 磷酸及 200 mL 无氧的水,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。

六水合硫酸铁(Ⅱ)铵的质量分数 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 ——六水合硫酸铁(Ⅱ)铵摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $\{M[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 392.1\}$;

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.5 水不溶物

称取 50 g 样品,加热溶于 350 mL 水及 1 mL 硫酸中,冷却至室温,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.6 氯化物

5.6.1 不含氯化物的十二水合硫酸铁(Ⅲ)铵溶液的制备

称取 9.8 g 十二水合硫酸铁(Ⅲ)铵,溶于 144 mL 水及 32 mL 硝酸溶液(25%)中,加 4 mL 硝酸银溶液(17 g/L),放置 12 h~18 h,过滤。

5.6.2 测定方法

称取 2 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。溶液所得浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 45 mL 不含氯化物的十二水合硫酸铁(Ⅲ)铵溶液及含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯.....0.02 mg Cl;

化学纯.....0.10 mg Cl。

稀释至 50 mL,在振摇下滴加 3 mL 氨水,加 9 mL 硝酸溶液(25%)及 1 mL 水,摇匀,与同体积试液同时放置 10 min 后比浊。

5.7 磷酸盐

称取 1 g 样品,溶于少量水及 2 mL 硝酸中,加热至二氧化氮逸尽,煮沸 1 min,冷却,滴加氨水至溶液刚好出现沉淀(此时溶液的 pH 值为 2~3),稀释至 10 mL 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。

加少量水,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,稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.8 锰

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.8.1 仪器条件

光源:锰空心阴极灯;

波长:279.5 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.8.2 测定方法

称取 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。

5.9 高铁

5.9.1 盐酸溶液(25%)的制备

量取 640 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

5.9.2 测定方法

称取 0.5 g 样品,置于具塞比色管中,加 10 mL 无二氧化碳的水及 0.5 mL 盐酸溶液(25%),振摇溶解,加 2 mL 二水合 5-磺基水杨酸(100 g/L),盖上盖子,摇匀,放置 15 min。溶液所呈红色不得大于标准比色溶液。

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.....0.05 mg Fe;

化学纯.....0.10 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.10 铜

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.10.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯;

波长:324.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.10.2 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。

5.11 锌

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.11.1 仪器条件

光源:锌空心阴极灯;

波长:213.9 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定方法

称取 5 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。

5.12 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

称取 5 g 样品,溶于 25 mL 水及 25 mL 硝酸中,加热至二氧化氮逸尽,煮沸 2 min,冷却,稀释至 50 mL。取 10 mL,共 4 份,置于分液漏斗中,1 份不加标准,其余 3 份分别加入成比例的铅标准溶液。加 7 mL 盐酸,20 mL 4-甲基-2-戊酮,振摇 1 min,静置分层,弃去有机相,取水相置于 50 mL 烧杯中,于低温电炉上蒸发至溶液约剩 2 mL,转移溶液至 10 mL 容量瓶中,稀释至刻度。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 氨水不沉淀物

称取 5 g 样品,溶于 70 mL 水中,加 3 mL 硝酸,煮沸,在搅拌下加入 50 mL 无二氧化碳的水和 20 mL 无碳酸盐的氨水的混合溶液中,过滤,用热水洗涤至滤液体积达 150 mL。取 60 mL,在水浴上蒸至近干,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.....2.0 mg;

化学纯.....4.0 mg。

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、贮存及运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NBY-7、NB-8、NBY-8、NB-10、NBY-10、NB-11、NBY-11、NB-13、NBY-13、NB-15、NBY-15;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
六水合硫酸铁(Ⅱ)铵(硫酸亚铁铵)
GB/T 661—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 0.75 字数 11 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43222 定价 16.00 元



GB/T 661—2011

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