

## 工作基准试剂（容量）-- 氯化钠

中华人民共和国国家标准

工作基准试剂（容量） GB 1253—89

氯化钠

代替 GB 1253--77

Working chemical

Sodium chloride

本试剂为白色结晶粉末，溶于水，几乎不溶于乙醇。

分子式：NaCl

相对分子质量：58.442(按 1987 年国际原子量)

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了工作基准试剂(容量)氯化钠的技术要求、试验方法、检验规则、包装及标志。

本标准适用于含量为 99.95%~100.05%工作基准试剂（容量）氯化钠的检验。

### 2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 619 化学试剂 采样及验收规则

GB 6682 实验室用水规格

GB 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB 10737 工作基准试剂（容量）称量电位滴定法通则

HG 3—119 化学试剂 包装及标志

HG 3—1168 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

### 3 技术要求

3.1 氯化钠(NaCl)含量为 99.95%~100.05%.

3.2 pH(50g/L 溶液, 25℃)为 5.0~8.0。

3.3 杂质最高含量 (指标以百分含量计):

名 称	工作基准(容量)
澄清度试验	合格
水不溶物	0.003
碘化物(I)	0.001
溴化物 (Br)	0.005
硫酸盐 (SO <sub>4</sub> )	0.001
总氮量 (N)	0.0005
磷酸盐 (PO <sub>4</sub> )	0.0005
六氰合铁[以 Fe(CN) <sub>6</sub> 计]	0.0001
镁(Mg)	0.001
钾(K)	0.01
钙(Ca)	0.002
铁(Fe)	0.0001
钡(Ba)	0.001
重金属(以 Pb 计)	0.0005

#### 4 试验方法

本试验方法中滴定分析用标准溶液、杂质测定用标准溶液和所用制剂及制品按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备, 实验用水应符合 GB 6682 中三级水的规格。

##### 4.1 氯化钠 (NaCl) 含量测定

###### 4.1.1 硝酸银标准滴定溶液质量摩尔浓度的标定

称取 0.15g 于 500~600℃灼烧至恒重的第一基准试剂 (容量) 氯化钠, 称准至 0.00001g, 置于反应瓶中, 加 70mL 水溶解, 加 10mL 淀粉指示液 (10g/L), 用硫离子选择电极 (或银电极) 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。按 GB 10737 之规定,用待标定的硝酸银标准滴定溶液[b(AgNO<sub>3</sub>)=0.1mol/kg]滴定至终点。

硝酸银标准滴定溶液的质量摩尔浓度按式(1)计算:

$$b = \frac{m_1}{m_2 \times 0.058442} \dots\dots\dots(1)$$

式中: b----硝酸银标准滴定溶液的质量摩尔浓度, mol/kg;

m<sub>1</sub>----第一基准试剂(容量)氯化钠的质量, g;

m<sub>2</sub>----待标定的硝酸银标准滴定溶液的质量, g;

0.058442----与 1.0000g 硝酸银标准滴定溶液[b(AgNO<sub>3</sub>)=1.0000mol/kg]相当的,以克表示的氯化钠的质量。

#### 4.1.2 含量的测定

称取 0.51g 于 500~600℃灼烧至恒重的试样,称准至 0.00001g,按 4.1.1 条之规定,用硝酸银标准滴定溶液[b(AgNO<sub>3</sub>)=0.1mol/kg]滴定。

含量的测定与滴定分析用标准溶液浓度的标定同时进行。

氯化钠(NaCl)含量按式(2)计算:

$$X = \frac{m_3 \cdot b \times 0.058442}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: X----氯化钠的百分含量, %;

m<sub>3</sub>----硝酸银标准滴定溶液的质量, g;

b----硝酸银标准滴定溶液的质量摩尔浓度, mol/kg;

0.058442----与 1.0000g 硝酸银标准滴定溶液[b(AgNO<sub>3</sub>)=1.0000mol/kg]相当的,以克表示的氯化钠的质量。

m<sub>4</sub>----试样的质量, g。

#### 4.2 pH 值测定

称取 5g 试样,称准至 0.01g。溶于 100mL 无二氧化碳的水中,按 GB 9724 之规定测定。PH 值应在 0.5~0.8 之间。

#### 4.3 杂质测定

试样须称准至 0.01g。

##### 4.3.1 澄清度试验

称取 25g 试样，溶于 100mL 水中，其浊度不得大于澄清度标准（参照 HG 3—1168）2 号。

#### 4.3.2 水不溶物

称取 50g 试样，溶于 200mL 水中，在水浴上保温 1h，用已在  $105\pm 2^{\circ}\text{C}$  恒重的 4 号玻璃滤坩过滤，用热水洗涤滤渣至洗液无氯离子反应，于  $105\pm 2^{\circ}\text{C}$  的电烘箱中干燥至恒重。滤渣质量不得大于 1.5mg。

#### 4.3.3 碘化物

称取 11g 试样，溶于 50mL 水中，移入分液漏斗中，加 2mL 盐酸及 5mL 三氯化铁溶液（100g/L），摇匀，放置 5min。加 10mL 四氯化碳，振摇 1min，放置分层，收集四氯化碳层于比色管中，再每次用 5mL 四氯化碳萃取两次，并入比色管中（保留试样水溶液）。有机层所呈紫色不得深于标准。

标准是取 1g 试样及含 0.1mg 碘（I）的杂质标准溶液和含 0.5mg 溴（Br）的杂质标准溶液，稀释至 50mL，与同体积试样溶液同时同样处理（保留标准水溶液）。

#### 4.3.4 溴化物

将第 4.3.3 条分液漏斗中保留的试样水溶液每次用 5mL 四氯化碳萃取两次，弃去四氯化碳，于溶液中加入 35mL 硫酸溶液（1+1）及 10mL 铬酸溶液（100g/L），摇匀，放置 5min。加 10mL 四氯化碳，振摇 1min，放置分层，收集四氯化碳层于比色管中，再每次用 5mL 四氯化碳萃取，并入比色管中，有机层所呈黄色不得深于标准。

标准是取第 4.3.3 条中保留的标准水溶液与第 4.3.4 条中试样水溶液同时同样处理。

#### 4.3.5 硫酸盐

称取 1g 试样，溶于 10mL 水中，稀释至 20mL，加 0.5mL 盐酸溶液（20%）。将 0.25mL 硫酸钾乙醇溶液与 1mL 氯化钡溶液（250g/L）混合（晶种液），准确放置 1min，加入上述已酸化的试样溶液，稀释至 25mL，摇匀，放置 5min。所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.01mg 硫酸盐（ $\text{SO}_4$ ）的杂质标准溶液，稀释至 20mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.6 总氮量

称取 2g 试样，置于凯氏仪中，溶于 140mL 水，加 5mL 氢氧化钠溶液(320g/L) 及 1.0g 定氮合金，静置 1h，加热蒸馏出 75mL，用盛有 5mL 硫酸溶液(0.5%) 的 100mL 比色管接收，加 3mL 氢氧化钠溶液(320g/L) 及 2mL 纳氏试剂，稀释至 100mL，摇匀，所呈黄色不得深于标准。

标准是取 0.01mg 氮(N) 的杂质标准溶液与试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.7 磷酸盐

称取 2g 试样，溶于 10mL 水中，加 10mL 硝酸溶液(13%) 及 2mL 钼酸铵溶液(100g/L)，室温下放置 20min，加 10mL 乙酸丁酯萃取，静置分层，弃去水相。有机相用盐酸溶液(5%) 洗涤两次，每次用 5mL，分出水相。在有机相中加入 0.2mL 氯化亚锡-抗坏血酸溶液，轻轻摇动，静置分层，弃去水相，于有机相中加入 1mL 无水乙醇，摇匀，所呈蓝色不得深于标准。

标准是取 0.005mg 磷酸盐(PO<sub>4</sub>) 的杂质标准溶液与试样同时同样处理。

#### 4.3.8 六氰合铁(II) 酸盐

称取 3.5g 试样，溶于 12mL 水中，加 0.2mL 硫酸溶液(20%)，加 0.2mL 铁-亚铁混合液，摇匀，放置 2min，加 1mL 磷酸二氢钠溶液(200g/L)，放置 30min，所呈蓝色不得深于标准。

标准是取含 0.0025mg 六氰合铁(II) 酸盐[Fe(CN<sub>6</sub>)]的杂质标准溶液及 1g 试样，加 12mL 水溶解，与同体积试样溶液同时同样处理。

#### 4.3.9 镁

按火焰原子吸收光谱法测定。

##### 4.3.9.1 仪器条件

光源：镁空心阴极灯；

波长：285.2nm；

火焰：乙炔-空气。

##### 4.3.9.2 测定方法

称取 10g 试样，溶于水，稀释至 100mL。取 10mL，共四份。按 GB 9723 第 6.2.2 条之规定测定。

#### 4.3.10 钾

按火焰原子吸收光谱法测定。

#### 4.3.10.1 仪器条件

光源：钾空心阴极灯；

波长：766.4nm；

火焰：乙炔-空气。

#### 4.3.10.2 测定方法

同第 4.3.9.2 条。

#### 4.3.11 钙

按火焰原子吸收光谱法测定。

##### 4.3.11.1 仪器条件

光源：钙空心阴极灯；

波长：422.7nm；

火焰：乙炔-空气。

##### 4.3.11.2 测定方法

称取 10g 试样，溶于水，稀释至 100mL。取 20mL，共四份。按 GB 9723 第 6.2.2 条之规定测定。

#### 4.3.12 铁

称取 3g 试样，溶于 15mL 水中，用盐酸溶液（15%）调节试样溶液 pH 值至 2，加 1mL 抗坏血酸溶液（20g/L）、5mL 乙酸乙酸钠缓冲溶液（pH≈4.5）及 1mL 1,10-菲罗啉溶液（2g/L），稀释至 25mL，摇匀，放置 15min，所呈红色不得深于标准。

标准是取含 0.003mg 铁（Fe）的杂质标准溶液，与试样同时同样处理。

#### 4.3.13 钡

##### 4.3.13.1 氯化钡乙醇溶液的制备

称取 0.02g 氯化钡，溶于 100mL 乙醇溶液[30%(V/V)]中。

##### 4.3.13.2 测定方法

称取 1g 试样，溶于 10mL 水中，稀释至 20mL，加 0.5mL 盐酸溶液（20%）。

将 0.25mL 氯化钡乙醇溶液与 1mL 硫酸钠（Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>·10H<sub>2</sub>O）溶液（400g/L）混合（晶种液），准确放置 1min，加入上述已酸化的试样溶液，稀释至 25mL，摇匀，放置 5min，所呈浊度不得大于标准。

标准是取含 0.01mg 钡（Ba）的杂质标准溶液，稀释至 20mL，与同体积试样溶

液同时同样处理。

#### 4.3.14 重金属

称取 4g 试样，溶于水，稀释至 40mL，取 30mL，加 0.2mL 乙酸溶液（30%）及 10mL 新制备的饱和硫化氢水，摇匀，放置 10min，所呈暗色不得深于标准。

标准是取剩余的 10mL 试样溶液及含 0.01mg 铅（Pb）的杂质标准溶液，稀释至 30mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

### 5 检验规则

按 GB 619 之规定进行采样及验收。

### 6 包装及标志

#### 6.1 包装

按 HG 3—119 之规定。

内包装形式：G-2；

外包装形式：用规格为 600g/m<sup>2</sup> 的盒板纸制盒，外层裱紫色电光纸；

包装单位：第 3 类。

#### 6.2 标志

按 HG 3—119 之规定。

#### 附加说明：

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由北京化工厂负责起草。

本标准主要起草人麦金枝、陈华、赵凤兰。