

ICS 71.040.40  
G 10



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3051—2000  
neq ISO 5790:1979

---

## 无机化工产品中氯化物含量测定的 通用方法 汞量法

Inorganic chemical products for industrial use—General method  
for determination of chloride content—Mercurimetric method

2000-07-31 发布

2001-03-01 实施

---

国家质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准非等效采用 ISO 5790:1979《工业用无机化工产品氯化物含量测定的通用方法 汞量法》，对 GB/T 3051—1982《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》进行修订。

本标准与 ISO 5790:1979 主要技术差异如下：

扩大了测量范围。ISO 5790 适用于氯含量超过 1 mg，本标准适用于氯化物含量为 0.01 mg～80 mg。

增加了乙醇-水溶液的滴定介质。ISO 5790 仅规定了水溶液一种滴定介质，本标准规定了水溶液和乙醇-水溶液两种滴定介质。规定在采用 0.02 mol/L 以下的标准滴定溶液时，应在乙醇-水溶液介质中滴定。

缩小了被测试液的体积。ISO 5790 规定被测试液的体积控制为 200 mL～350 mL，本标准规定被测试液的体积控制为 100 mL～200 mL（在乙醇-水溶液中应不大于 40 mL）。

通过大量试验，新增了  $\text{CN}^-$ 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 、 $\text{CNS}^-$ 、 $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  六种干扰测定的离子，及其不产生干扰的限量。

通过试验验证，调整了  $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{SO}_3^{2-}$ 、 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{PO}_4^{3-}$  等四种离子的不产生干扰的限量。

增加了  $\text{CN}^-$ 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$  和  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{F}^-$ 、 $\text{CNS}^-$ 、 $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  等七种干扰离子的排除方法。

本标准与原国标的主要技术差异为：

增加了  $\text{NaNO}_3$ 、 $\text{KNO}_3$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{CH}_3\text{COONa}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$  等五种干扰测定的物质或离子，并等同 ISO 5790 规定了它们的不产生干扰的限量。

等同 ISO 5790 规定了共同存在的干扰物质  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$  和它们的不产生干扰的限量及其排除方法。

增加了干扰离子  $\text{Cr}^{3+}$  的排除方法，此方法等同于 ISO 5790。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 3051—1982(1989)。

本标准的附录 A、附录 B 是标准的附录；附录 C、附录 D 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国原化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位：化工部天津化工研究设计院、青岛出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：姚锦娟、时 洁、张 萍、薛君华、刘 亮、崔 鹤。

本标准于 1982 年 4 月首次发布，1989 年确认。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

# 中华人民共和国国家标准

## 无机化工产品中氯化物含量 测定的通用方法 汞量法

GB/T 3051—2000  
neq ISO 5790:1979

代替 GB/T 3051—1982(1989)

### Inorganic chemical products for industrial use—General method for determination of chloride content—Mercurimetric method

#### 1 范围

本标准规定了无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法——汞量法。

本标准适用于氯化物(以 Cl 计)含量为 0.01 mg~80 mg 的试样,当使用的硝酸汞标准溶液浓度小于 0.02 mol/L 时,滴定应在乙醇-水溶液中进行。

$K^+$ 、 $Na^+$ 、 $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$ 、 $Ba^{2+}$ 、 $Zn^{2+}$ 、 $Pb^{2+}$ 、 $NO_3^-$ 、 $CO_3^{2-}$ 、 $BO_3^{3-}$  离子均不干扰测定; $S^{2-}$ 、 $SO_3^{2-}$ 、 $SO_4^{2-}$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $[Fe(CN)_6]^{3-}$ 、 $[Fe(CN)_6]^{4-}$ 、 $S_2O_3^{2-}$ 、 $NO_2^-$ 、 $CNS^-$ 、 $CN^-$  等离子均干扰测定,其限量及排除方法参见附录 B(标准的附录)和附录 C(提示的附录)。

#### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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

#### 3 方法提要

在微酸性的水或乙醇-水溶液中,用强电离的硝酸汞标准滴定溶液将氯离子转化为弱电离的氯化汞,用二苯偶氮碳酰肼指示剂与过量的  $Hg^{2+}$  生成紫红色络合物来判断终点。

#### 4 试剂和材料

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

本标准所用制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 603 之规定制备。

**安全提示:**本标准所用硝酸汞溶液有毒,强酸强碱均具有腐蚀性,使用者应小心操作,避免溅到皮肤上!如溅到皮肤应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

4.1 硝酸溶液:1+1。

4.2 硝酸溶液:1 mol/L。

量取 63 mL 硝酸,用水稀释至 1 000 mL。

4.3 氢氧化钠溶液:1 mol/L。

量取 52 mL 饱和氢氧化钠溶液,用水稀释至 1 000 mL。

4.4 氯化钠标准溶液: $c(NaCl)=0.1000\text{ mol/L}$  或  $c(NaCl)=0.0500\text{ mol/L}$ 。

准确称取 5.844 g(或 2.922 g)于 500℃~600℃灼烧至恒重的基准氯化钠,精确至 0.000 2 g,置于