

前 言

本标准等效采用美国试验与材料学会 ASTM E 200—1991《化学分析常用标准和试剂溶液的配制、标定和贮存》中标准滴定溶液的配制、标定和贮存的有关内容；等效采用 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂——第一部分：通用试验方法》中标准溶液(原液)制备的有关内容。

本标准所列 11 种标准滴定溶液，其中氢氧化钠、硫酸、盐酸、硝酸银、硫代硫酸钠、重铬酸钾、高锰酸钾和硫氰酸铵八种标准滴定溶液等效采用 ASTM E 200—1991；硝酸汞标准滴定溶液等效采用 ISO 5790:1979《工业用无机化学产品——氯化物含量测定的通用方法——汞量法》中硝酸汞标准滴定溶液的配制、标定和贮存；乙二胺四乙酸二钠(EDTA)和硫酸亚铁铵二种标准滴定溶液采用国内化肥标准方法。详见表 1。

表 1 本标准中标准滴定溶液采用国际标准和国外先进国家标准的编号和章、条号

本标准中的 章、条号	标准滴定 溶液名称	采用相应的国际 标准和国外先进 国家标准编号	采用国际标准 和国外先进国家 标准章、条号	采用程度
5.1	氢氧化钠	ASTM E 200—1991	14~17	等效
5.2	盐酸	ASTM E 200—1991	20~23	等效
5.3	硫酸	ASTM E 200—1991	29~32	等效
5.5.2.1	硝酸银(硫氰酸盐法)	ASTM E 200—1991	44~47	等效
5.6	硫氰酸铵	ASTM E 200—1991	49~52	等效
5.7	硫代硫酸钠	ASTM E 200—1991	59~62	等效
5.8	重铬酸钾	ASTM E 200—1991	69~72	等效
5.9	高锰酸钾	ASTM E 200—1991	64~66	等效
5.10	硝酸汞	ISO 5790:1979	4.8	等效

本标准所列 26 种标准溶液(原液)的制备，其中 20 种等效采用 ISO 6353-1:1982。详见表 2。

表 2 本标准中标准溶液采用国际标准的编号

本标准中 章、条号	标准溶液(原液) 名 称	采用相应的国际 标准编号	采用程度
6.1.1	钾(K)	ISO 6353-1:1982	等效
6.2	钠(Na)	ISO 6353-1:1982	等效
6.3	铜(Cu)	ISO 6353-1:1982	等效
6.4	铁(Fe)	ISO 6353-1:1982	等效

表 2(完)

本标准中 章、条号	标准溶液(原液) 名 称	采用相应的国际 标准编号	采用程度
6.6	砷(As)	ISO 6353-1:1982	等效
6.7	铅(Pb)	ISO 6353-1:1982	等效
6.9	钙(Ca)	ISO 6353-1:1982	等效
6.10.1	镁(Mg)	ISO 6353-1:1982	等效
6.11.1	锌(Zn)	ISO 6353-1:1982	等效
6.12.1	锰(Mn)	ISO 6353-1:1982	等效
6.13	钼(Mo)	ISO 6353-1:1982	等效
6.15	氟化物(F)	ISO 6353-1:1982	等效
6.16	氯化物(Cl)	ISO 6353-1:1982	等效
6.17.1	硫酸盐(SO ₄)	ISO 6353-1:1982	等效
6.19	二氧化碳(CO ₂)	ISO 6353-1:1982	等效
6.20.1	二氧化硅(SiO ₂)	ISO 6353-1:1982	等效
6.22	硫氰酸盐(SCN)	ISO 6353-1:1982	等效
6.24	镍(Ni)	ISO 6353-1:1982	等效
6.25.1	铬(Cr)	ISO 6353-1:1982	等效
6.26.1	钛(Ti)	ISO 6353-1:1982	等效

本标准根据国内化肥产品检测需要,增加了常用的试剂溶液、指示剂溶液和缓冲溶液制备。

本标准按 GB/T 4471—84《化工产品试验方法精密度室间试验重复性和再现性的确定》的规定,对只有一种浓度标准滴定溶液,采用单水平试验,实验室不少于 15 个;对多浓度的标准滴定溶液,采用多水平试验,实验室不少于 8 个,通过协同试验,确定标准滴定溶液标定的室内精密度——重复性 r 值。

本标准等效采用国际标准和国外先进国家标准,达到了国际一般水平。

本标准附录 A 是标准的附录。

本标准由化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草,由泸州天然气化工公司、广东湛化企业集团公司、吉林化工股份有限公司化肥厂、广州氮肥厂、铜陵化工集团公司铜官山化工总厂、四川川化集团有限责任公司、南京化学工业集团有限公司磷肥厂参加起草。

本标准主要起草人:钟凤园、张求真。

本标准首次发布日期为 1997 年 2 月 24 日。

中华人民共和国化工行业标准

化 肥 产 品

化学分析常用标准滴定溶液、 标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

HG/T 2843—1997

Chemical fertilizer Products-standard volumetric,
standard, reagent and indicator
solutions for chemical analysis

1 范围

本标准规定了化肥产品中化学分析常用标准滴定溶液的配制、标定和贮存方法；标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液的配制和贮存方法。

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为本标准的条文。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 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 611—88 化学试剂 密度测定通用方法

GB/T 6682—92 实验室用水规格和试验方法

JJG 196—90 常用玻璃仪器

3 定义

本标准采用的术语定义见 GB/T 1.4—88 中附录 A。

4 一般规定

4.1 本标准所用试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂；所使用水的 pH 值范围和电导率应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

4.2 制备标准滴定溶液时所用的试剂为分析纯及其以上试剂；标定标准滴定溶液时所用的基准试剂为容量分析工作基准试剂。

4.3 称量工作基准试剂称准至 0.000 1g。

4.4 工作中所用滴定管、量瓶、单标线吸管、分度吸管均应符合 JJG 196 要求。

4.5 本标准中所用乙醇均指 95%(V/V)乙醇。

4.6 标准滴定溶液浓度应全部换算为 20℃ 时的浓度。因此，在标定标准滴定溶液时，应进行滴定管体积校正和溶液温度校正〔见附录 A(标准的附录)〕，作为滴定的实际体积。

4.7 标准滴定溶液的浓度值取四位有效数字。

中华人民共和国化学工业部 1997-02-24 批准

1997-10-01 实施

5 标准滴定溶液的配制、标定和贮存

5.1 氢氧化钠标准滴定溶液

5.1.1 饱和氢氧化钠溶液配制

溶解 162g 氢氧化钠在 150mL 无二氧化碳水(7.1)中,冷却至室温。通过合格的介质(例如:玻璃毛)过滤,清液贮存于密闭的聚乙烯容器内;或溶液贮存于密闭的聚乙烯容器,放置至上层溶液清澈(放置时间一周),使用时吸取清液。

5.1.2 各浓度氢氧化钠标准滴定溶液的配制

按表 1 所示,量取氢氧化钠饱和溶液清液(5.1.1),用无二氧化碳的水稀释至 1L,混匀,贮存在带有碱石灰干燥管的密闭的聚乙烯瓶中,防止吸入空气中的二氧化碳。

表 1 量取饱和氢氧化钠溶液体积

氢氧化钠标准滴定溶液浓度 mol/L	1L 溶液所需 氢氧化钠 g	配制 1L 溶液所需饱和 氢氧化钠溶液(5.1.1)体积 mL
0.05	2.0	2.7
0.1	4.0	5.4
0.2	8.0	10.9
0.5	20.0	27.2
1.0	40.0	54.5

5.1.3 标定

5.1.3.1 用玛瑙研钵将 10~20g 基准邻苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)研碎至粉状,置 120℃ 干燥箱内干燥 2h,在干燥器内冷却。

5.1.3.2 酚酞指示液(10g/L)

按 8.11 配制。

5.1.3.3 标定氢氧化钠溶液,按表 2 所示,准确称取干燥过的邻苯二甲酸氢钾(5.1.3.1),置于 250mL 锥形瓶中,加 100mL 无二氧化碳的水溶解,加入 3 滴酚酞指示液(5.1.3.2),用氢氧化钠溶液(5.1.2)滴定至溶液呈浅红色为终点。

表 2 标定所需邻苯二甲酸氢钾质量

氢氧化钠标准滴定溶液浓度 mol/L	邻苯二甲酸氢钾质量 g
0.05	0.47 ± 0.005
0.1	0.95 ± 0.05
0.2	1.90 ± 0.05
0.5	4.75 ± 0.05
1.0	9.00 ± 0.05

5.1.4 计算

氢氧化钠标准滴定溶液浓度按式(1)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m}{0.2042 \times V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：c(NaOH)——氢氧化钠标准滴定溶液之物质的量浓度，mol/L；
m——称取邻苯二甲酸氢钾质量，g；
V——滴定用去氢氧化钠溶液实际体积，mL；
0.2042——与1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1.000mol/L]相当的以克表示的邻苯二甲酸氢钾的质量。

5.1.5 精密度

做五次平行测定。取平行测定的算术平均值为测定结果。
五次平行测定的极差，应小于表3规定的容许差r。

表3 氢氧化钠标准滴定溶液标定的容许差 r

c, mol/L	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
r, mol/L	0.000 200	0.000 30	0.000 40	0.001 00	0.002 0

5.1.6 稳定性

氢氧化钠标准滴定溶液推荐使用聚乙烯容器贮存，若使用玻璃容器，当怀疑溶液与玻璃容器发生反应或溶液出现不溶物时，必须时常标定溶液。

5.2 盐酸标准滴定溶液

5.2.1 各浓度盐酸标准滴定溶液的配制

按表4所示，量取盐酸转移入1L瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于密闭的玻璃瓶内。

表4 量取盐酸体积

盐酸标准滴定溶液浓度 mol/L	配制 1L 盐酸溶液所需盐酸体积 mL
0.05	4.2
0.1	8.3
0.2	16.6
0.5	41.5
1.0	83.0

5.2.2 标定

5.2.2.1 甲基红指示液(1g/L)

按8.8配制。

5.2.2.2 按表5所示，准确称量已在250℃干燥过4h的基准无水碳酸钠置于250mL锥形瓶中，加50mL水溶解，再加2滴甲基红指示液(5.2.2.1)，用盐酸溶液(5.2.1)滴定至红色刚出现，小心煮沸溶液至红色褪去，冷却至室温，继续滴定、煮沸、冷却，直至刚出现的微红色在再加热时不褪色为止。

表 5 标定所需无水碳酸钠质量

盐酸标准滴定溶液浓度 mol/L	无水碳酸钠质量 g
0.05	0.11±0.001
0.1	0.22±0.01
0.2	0.44±0.01
0.5	1.10±0.01
1.0	2.20±0.01

5.2.3 计算

盐酸标准滴定溶液浓度按式(2)计算:

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{0.05299 \times V} \quad (2)$$

式中: $c(\text{HCl})$ ——盐酸标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——称取无水碳酸钠质量, g;

V ——滴定用去盐酸溶液实际体积, mL;

0.05299——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的无水碳酸钠的质量。

5.2.4 精密度

做五次平行测定, 取平行测定的算术平均值为测定结果。

五次平行测定的极差, 应小于表 6 规定的容许差 r ;

表 6 盐酸标准滴定溶液标定的容许差 r

$c, \text{mol/L}$	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
$r, \text{mol/L}$	0.000 200	0.000 30	0.000 40	0.001 00	0.002 0

5.2.5 稳定性

盐酸标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.3 硫酸标准滴定溶液

5.3.1 各浓度硫酸标准滴定溶液的配制

按表 7 所示, 量取硫酸慢慢注入 600mL 烧杯内的 400mL 水中, 混匀。冷却后转移入 1L 量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于密闭的玻璃容器内。

表 7 量取硫酸体积

硫酸标准滴定溶液浓度 mol/L	配制 1L 硫酸溶液所需硫酸体积 mL
0.05	1.5
0.1	3.0
0.2	6.0
0.5	15.0
1.0	30.0

5.3.2 标定

按表 8 所示,准确称量已在 250℃干燥过 4h 的基准无水碳酸钠置于 250mL 锥形瓶中,加 50mL 水溶解,再加 2 滴甲基红指示液(5.2.2.1),用硫酸溶液(5.3.1)滴定至红色刚出现,小心煮沸溶液至红色褪去,冷却至室温。继续滴定、煮沸、冷却,直至刚出现的微红色在再加热时不褪色为止。

表 8 标定所需无水碳酸钠质量

硫酸标准滴定溶液浓度 mol/L	无水碳酸钠质量 g
0.05	0.11±0.001
0.1	0.22±0.01
0.2	0.44±0.01
0.5	1.10±0.01
1.0	2.20±0.01

5.3.3 计算

硫酸标准滴定溶液浓度按式(3)计算:

$$c(1/2H_2SO_4) = \frac{m}{0.05299 \times V} \quad (3)$$

式中: $c(1/2H_2SO_4)$ ——硫酸标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——称量无水碳酸钠质量, g;

V ——滴定用去硫酸溶液实际体积, mL;

0.05299——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2H_2SO_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的无水碳酸钠的质量。

5.3.4 精密度

做五次平行测定。取平行测定的算术平均值为测定结果。

五次平行测定的极差,应小于表 9 规定的容许差 r 。

表 9 硫酸标准滴定溶液标定的容许差

$c, \text{mol/L}$	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0
$r, \text{mol/L}$	0.000 200	0.000 30	0.000 40	0.001 00	0.002 0

5.3.5 稳定性

硫酸标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液

5.4.1 各浓度 EDTA 标准滴定溶液的配制

按表 10 所示,称取乙二胺四乙酸二钠二水物($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)溶于足够量的水中,稀释至 1L,贮存在聚乙烯容器内。

表 10 称取 EDTA 质量

EDTA 标准滴定溶液浓度 mol/L	配制 1L EDTA 溶液所需 EDTA 质量 g
0.01	3.72
0.02	7.44
0.05	18.60
0.10	37.20
0.15	55.80

5.4.2 氧化锌基准溶液

按表 11 所示,称取已于 800℃灼烧 1h 的基准氧化锌置于 100mL 烧杯中,用少量水湿润,滴加盐酸溶液(1+1)至氧化锌溶解,移入 250mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

表 11 标定所需氧化锌质量

EDTA 标准滴定溶液浓度 mol/L	氧化锌质量 g
0.01	0.25
0.02	0.50
0.05	1.25
0.10	2.50
0.15	3.75

5.4.3 标定

5.4.3.1 氨-氯化铵缓冲溶液(pH≈10)

按 9.5 配制。

5.4.3.2 铬黑 T 指示液(5g/L)

按 8.15 配制。

5.4.3.3 标定时,用单标线吸管吸取 25mL 氧化锌基准溶液(5.4.2)于 250mL 锥形瓶中,加 75mL 水,用氨水(1+1)中和至溶液 pH7~8(溶液出现微混浊),加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液(5.4.3.1),5 滴铬黑 T 指示液(5.4.3.2),用 EDTA 溶液(5.4.1)滴定至溶液由紫红色变成纯蓝色为终点。

5.4.4 计算

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度按式(4)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m}{0.08138 \times V} \quad \text{..... (4)}$$

式中: $c(\text{EDTA})$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——25.0mL 氧化锌基准溶液中所含氧化锌的质量, g;

V ——滴定用去乙二胺四乙酸二钠溶液的实际体积, mL;

0.08138——与 1.00mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氧化锌的质量。

5.4.5 精密度

做五次平行测定,取平行测定的算术平均值为测定结果。

五次平行测定的极差,应小于表 12 规定的容许差 r 。

表 12 EDTA 标准滴定溶液标定的容许差

$c, \text{mol/L}$	0.01	0.02	0.05	0.1	0.15
$r, \text{mol/L}$	0.000 030	0.000 060	0.001 00	0.000 20	0.000 30

5.4.6 稳定性

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.5 硝酸银标准滴定溶液, 0.1mol/L

5.5.1 配制

称取 16.99g 在 105℃干燥过 1h 的硝酸银于 1L 量瓶中,加 500mL 水摇动至硝酸银溶解。加 2~3

滴硝酸溶液(1+1)防止水解,用水稀释至刻度,混匀,贮存溶液在密闭的棕色玻璃瓶中。

5.5.2 标定

5.5.2.1 硫氰酸盐法

5.5.2.1.1 硫酸铁铵溶液(80g/L):按 8.23 配制。

5.5.2.1.2 准确称取(0.28±0.01)g 在 105℃干燥 2h 的基准氯化钠置于 250mL 具有玻璃塞的锥形瓶中,加 25mL 水使氯化钠溶解,再加 2mL 硝酸。用单标线吸管加入 50mL 硝酸银溶液(5.5.1),充分混匀,加 1mL 硫酸铁铵溶液(5.5.2.1.1)和 5mL 硝基苯。塞住瓶塞,激烈摇动直至凝结沉淀。用几毫升水洗涤塞子并入锥形瓶中,并用硫氰酸铵溶液(配制方法见 5.6.1)滴定过剩的硝酸银,直至刚出现的红棕色激烈摇动 1min 不褪色为止。滴定用去的硫氰酸铵溶液体积为 V_1 。

5.5.2.1.3 用同一支单标线吸管吸取 50mL 硝酸银溶液至另一个 250mL 具有玻璃塞的锥形瓶中,加 25mL 水,2mL 硝酸和 1mL 硫酸铁铵溶液,塞住瓶塞,激烈混匀。用几毫升水洗涤塞子并入锥形瓶中,并用硫氰酸铵溶液滴定硝酸银溶液至刚出现红棕色且激烈摇动 1min 不褪色为止。滴定用去的硫氰酸铵溶液体积为 V_2 。

5.5.2.1.4 用单标线吸管吸取 2mL 硝酸银溶液(体积 V_3)置于 100mL 具有玻璃塞锥形瓶中,加 25mL 水,2mL 硝酸,1mL 硫酸铁铵溶液和 5mL 硝基苯,塞住瓶塞激烈摇动。用几毫升水洗涤塞子并入锥形瓶中,用硫氰酸铵溶液滴定硝酸银溶液至刚出现红棕色并激烈摇动 1min 不褪色为止。滴定用去硫氰酸铵溶液体积为 V_4 。

5.5.2.1.5 计算:硝酸银标准滴定溶液浓度按式(5)计算:

$$\begin{aligned}
 c(\text{AgNO}_3) &= \frac{m}{0.05844 \times \left[\left(50 - \frac{50V_1}{V_2} \right) - \left(V_3 - \frac{50V_4}{V_2} \right) \right]} \\
 &= \frac{m}{0.05844 \times \left[50 \left(1 - \frac{V_1}{V_2} \right) - 2 \left(1 - \frac{25V_4}{V_2} \right) \right]} \\
 &= \frac{m}{0.05844 \times V} \dots\dots\dots (5)
 \end{aligned}$$

式中: $c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——称取氯化钠的质量, g;

V ——滴定氯化钠用去硝酸银溶液实际体积, mL, 即总氯化物消耗的硝酸银溶液体积减去硝基苯中氯化物消耗的硝酸银溶液体积;

V_1 ——50mL 硝酸银溶液滴定总氯化物后, 过剩的硝酸银溶液用硫氰酸铵溶液反滴定消耗的体积 = $\frac{50V_1}{V_2}$ mL 硝酸银溶液;

V_2 ——50mL 硝酸银溶液用硫氰酸铵溶液滴定用去的体积, mL;

V_3 ——吸取的 2mL 硝酸银溶液;

V_4 ——2mL 硝酸银溶液滴定硝基苯中氯化物后, 过剩的硝酸银溶液用硫氰酸铵溶液反滴定用去的体积 = $\frac{50V_4}{V_2}$ mL 硝酸银溶液。

0.05844——与 1.00mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氯化钠的质量。

5.5.2.1.6 精密度:做五次平行测定,取平行测定的算术平均值为测定结果;五次平行测定的极差,应小于 0.00040mol/L。

5.5.2.1.7 实验室安全:硝基苯有毒,不要进入眼睛,接触皮肤或衣服,防止吸入蒸气。操作应在通风环境中进行。

5.5.2.2 电位滴定法。

5.5.2.2.1 标定:按 GB/T 601—88 中 4.21.2 进行。

5.5.2.2.2 比较:按 GB/T 601—88 中 4.21.3 进行。

5.5.2.2.3 精密度:按 GB/T 601—88 中 3.6 和 3.7 进行。

5.5.3 稳定性

硝酸银标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.6 硫氰酸铵标准滴定溶液, 0.1mol/L

5.6.1 配制

称取 7.96g 硫氰酸铵置于 250mL 烧杯中,加 100mL 水溶解,过滤至 1L 量瓶内,加水稀释至刻度,混匀。溶液贮存在密闭的玻璃瓶中。

5.6.2 标定

用单标线吸管吸取 25mL 新标定的 0.1mol/L 硝酸银标准滴定溶液置于 250mL 锥形瓶中,加 50mL 水,混匀。加 2mL 硝酸和 1mL 硫酸铁铵溶液(5.5.2.1.1),用硫氰酸铵溶液(5.6.1)滴定硝酸银标准滴定溶液至出现棕色并激烈摇动 1min 不褪色为止。

5.6.3 计算

硫氰酸铵标准滴定溶液浓度按式(6)计算:

$$c(\text{NH}_4\text{SCN}) = \frac{c_1 V_1}{V_2} = \frac{25c_1}{V_2} \dots\dots\dots (6)$$

式中: $c(\text{NH}_4\text{SCN})$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液浓度, mol/L;

V_1 ——硝酸银标准滴定溶液体积, mL;

V_2 ——滴定用去硫氰酸铵溶液的实际体积, mL。

5.6.4 精密度

做五次平行测定,取平行测定的算术平均值为测定结果;五次平行测定的极差,应小于 0.000 40 mol/L。

5.6.5 稳定性

硫氰酸铵标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液, 0.1mol/L

5.7.1 配制

溶解 25g 硫代硫酸钠在 500mL 新煮沸并冷却的水中,加 0.11g 碳酸钠,用新煮沸并冷却的水稀释至 1L,静置 24h,溶液贮存在密闭的玻璃瓶中。

5.7.2 标定

5.7.2.1 淀粉指示液(10g/L):按 8.24 配制。

5.7.2.2 称取 (0.21 ± 0.01) g 经 120℃干燥 4h 的基准重铬酸钾到 250mL 具玻璃塞的锥形瓶中,加 100mL 水溶解,拿去塞子,快速加入 3g 碘化钾,2g 碳酸氢钠和 5mL 盐酸,立即塞好塞子,充分混匀,在暗处静置 10min。用水洗涤塞子和锥形瓶壁,用硫代硫酸钠溶液(5.7.1)滴定至溶液呈黄绿色。加 2mL 淀粉指示液(5.7.2.1),继续滴定至蓝色消失,出现亮绿色为止。

5.7.3 计算

硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度按式(7)计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{m}{0.049\ 03 \times V} \dots\dots\dots (7)$$

式中: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——称取重铬酸钾质量, g;

V ——滴定用去硫代硫酸钠溶液实际体积, mL;

0.049 03——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的重铬酸钾的质量。

5.7.4 精密度

做五次平行测定,取平行测定的算术平均值为测定结果;五次平行测定的极差,应小于 0.000 40 mol/L。

5.7.5 稳定性

硫代硫酸钠标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.8 重铬酸钾标准滴定溶液, 0.1mol/L

5.8.1 配制

称取 4.9g 已在 120℃ 干燥过 4h 的重铬酸钾在 1L 量瓶中,加 100mL 水,摇动至溶解,用水稀释至刻度,贮存溶液在具玻璃塞的瓶中。

5.8.2 标定

置 40mL 水在 250mL 具玻璃塞的锥形瓶中,用滴定管加入 40.00mL 重铬酸钾溶液(5.8.1),塞上塞子,混匀。移去塞子,加入 3g 碘化钾,2g 碳酸氢钠和 5mL 盐酸,立即塞上塞子,充分混匀,在暗处静置 10min,用水洗涤塞子和锥形瓶内壁,用新标定的硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.7)滴定至溶液呈黄绿色,加 2mL 淀粉指示液(5.7.2.1),继续滴定至蓝色消失,出现亮绿色为止。

5.8.3 计算

重铬酸钾标准滴定溶液浓度按式(8)计算:

$$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \frac{c_1 V_1}{V_2} \dots\dots\dots (8)$$

式中: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ ——重铬酸钾标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度, mol/L;

V_1 ——滴定用去硫代硫酸钠标准滴定溶液实际体积, mL;

V_2 ——所取重铬酸钾溶液实际体积, mL。

5.8.4 精密度

做五次平行测定,取平行测定的算术平均值为测定结果;五次平行测定的极差,应小于 0.000 40 mol/L。

5.8.5 稳定性

重铬酸钾标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.9 高锰酸钾标准滴定溶液, 0.1mol/L

5.9.1 配制

溶解 3.2g 高锰酸钾在 100mL 水中,用水稀释至 1L,使溶液在暗处静置 2 周,然后通过 4# 玻璃坩埚式过滤器干过滤,贮存溶液在具玻璃塞的棕色玻璃瓶内,过滤后的溶液不允许与纸、橡皮或其他有机物质接触。

5.9.2 标定

5.9.2.1 称取 $(0.30 \pm 0.01)\text{g}$ 经 105℃ 干燥 1h 的基准草酸钠置于 600mL 锥形瓶中,加 250mL 硫酸溶液(1+9)[硫酸溶液预先煮沸 10~15min,并冷却至 $(27 \pm 3)^\circ\text{C}$],摇动至草酸钠溶解,以 $(30 \pm 5)\text{mL/min}$ 的速度用滴定管加入 39mL 高锰酸钾溶液(5.9.1),将溶液慢慢地混匀并静置大约 45s,直至粉红色消失。加热溶液至 60℃,继续加入高锰酸钾溶液直至粉红色出现 30s 不消失完成滴定。最后的 0.5~1.0mL 逐滴加入,并在加入一滴前,使溶液颜色消失。

5.9.2.2 另取一份 250mL 硫酸溶液(1+9)进行空白测定,并使其终点时粉红色与标定溶液时一致。空白校正用量通常为 0.03~0.05mL 高锰酸钾溶液。

注:如果第一次加入 39mL 高锰酸钾溶液后,溶液的粉红色存在超过 45s,则弃去溶液,重新用新鲜的草酸钠溶液,

但加入较少量的高锰酸钾溶液。

5.9.3 计算

高锰酸钾标准滴定溶液浓度按式(9)计算:

$$c(1/5\text{KMnO}_4) = \frac{m}{0.067\ 00 \times (V_1 - V_2)} \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中: $c(1/5\text{KMnO}_4)$ ——高锰酸钾标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——称取草酸钠质量, g;

V_1 ——滴定用去高锰酸钾溶液体积, mL;

V_2 ——空白滴定用去高锰酸钾溶液体积, mL;

0.067 00——与 1.00mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的草酸钠的质量。

5.9.4 精密度

做五次平行测定, 取平行测定的算术平均值为测定结果; 五次平行测定的极差, 应小于 0.000 40 mol/L。

5.9.5 稳定性

高锰酸钾标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.10 硝酸汞标准滴定溶液, 0.1mol/L

5.10.1 配制

称取 $(10.85 \pm 0.01)\text{g}$ 黄色氧化汞溶解在 10mL 硝酸中, 移入 1 000mL 量瓶, 用水稀释至刻度, 摇匀。或者, 称量 $(17.13 \pm 0.01)\text{g}$ 硝酸汞 [$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$] 置于 250mL 烧杯中, 加入 7mL 硝酸溶液 (1+1), 加少量水溶解, 移入 1 000mL 量瓶, 用水稀释至刻度, 混匀。溶液贮存在密闭的玻璃瓶中。

5.10.2 氯化钾基准溶液 (0.01g/mL)

称取 10.00g 已在 400℃ 灼烧至恒重的基准氯化钾到 1 000mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.10.3 标定

5.10.3.1 溴酚蓝指示液 (1g/L): 按 8.12 配制。

5.10.3.2 二苯偶氮碳酰肼指示液 (5g/L): 按 8.19 配制。

5.10.3.3 硝酸溶液, $c(\text{HNO}_3) \approx 0.1\text{mol/L}$: 转移 8mL 硝酸到 1 000mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.10.3.4 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH}) \approx 0.1\text{mol/L}$: 溶解 40g 氢氧化钠在 1 000mL 水中, 混匀。

5.10.3.5 用单标线吸管吸取 25mL 氯化钾基准溶液 (5.10.2) 置于 250mL 锥形瓶中, 用水稀释至 100mL, 加 2 滴溴酚蓝指示液 (5.10.3.1), 如果溶液颜色呈蓝紫色, 逐滴加入硝酸溶液 (5.10.3.3) 至溶液变成黄色, 然后再过量 0.5mL 硝酸溶液; 若溶液颜色呈黄色, 逐滴加入氢氧化钠溶液 (5.10.3.4) 至溶液变蓝紫色, 再逐滴加入硝酸溶液至溶液变成黄色, 然后过量 0.5mL 的硝酸溶液。

无论哪一种情况, 接着加 0.25mL 二苯偶氮碳酰肼指示液 (5.10.3.2), 用硝酸汞溶液 (5.10.1) 滴定至溶液由黄色变成红色为终点。

5.10.4 计算

硝酸汞标准滴定溶液浓度按式(10)计算:

$$c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = \frac{m}{0.074\ 55 \times V} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ ——硝酸汞标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——25.0mL 氯化钾基准溶液中所含氯化钾的质量, g;

V ——滴定用去硝酸汞溶液实际体积, mL;

0.074 55——与 1.00mL 硝酸汞标准滴定溶液 [$c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 1.000\text{mol/L}$] 相当的

以克表示的氯化钾的质量。

5.10.5 精密度

做五次平行测定,取平行测定的算术平均值为测定结果;五次平行测定的极差,应小于0.000 40 mol/L。

5.10.6 稳定性

硝酸汞标准滴定溶液每月重新标定一次。

5.10.7 含汞废液处理方法

将废液收集于约 50L 的容器中,当废液达到 40L 左右时,依次加入 400mL 工业氢氧化钠溶液 (400g/L),100g 工业硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),搅拌均匀。10min 后慢慢加入 400mL 过氧化氢溶液[30% (m/m)],氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。充分混合,放置 24h 后将上部清液排入废水中,沉淀物(硫化汞又名辰砂,不溶于水,对人体无害)转入另一容器内,回收。

5.11 硫酸亚铁铵标准滴定溶液,0.1mol/L

5.11.1 配制

称取 39.2g 硫酸亚铁铵溶解于适量的水中,加 100mL 硫酸溶液(1+1),用水稀释至 1L。贮存溶液在棕色瓶中,加入两条洁净的铝片(C.P),以保持溶液浓度长期稳定。

5.11.2 标定

5.11.2.1 1,10-菲罗啉指示液:按 8.7 配制。

5.11.2.2 用单标线吸管吸取 25mL 新标定的 0.1mol/L 重铬酸钾标准滴定溶液置于 250mL 锥形瓶中,加 70~80mL 水和 10mL 硫酸,冷却后加 3 滴 1,10-菲罗啉指示液(5.11.2.1),用硫酸亚铁铵溶液(5.11.1)滴定至溶液变为砖红色为终点。

5.11.3 计算

硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度按式(11)计算:

$$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = \frac{c_1 V_1}{V_2} = \frac{25c_1}{V_2} \dots\dots\dots (11)$$

式中: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

c_1 ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度, mol/L;

V_1 ——重铬酸钾标准滴定溶液体积, mL;

V_2 ——滴定用去硫酸亚铁铵溶液的实际体积, mL。

5.11.4 精密度

做五次平行测定,取平行测定的算术平均值为测定结果;五次平行测定的极差,应小于0.000 40 mol/L。

5.11.5 稳定性

硫酸亚铁铵标准滴定溶液使用时标定。

6 标准溶液(原液)的制备和贮存

按下列方法制备的标准溶液,贮存于聚乙烯瓶中,临使用前,将标准溶液的原液置于合适容积的量瓶内,按精确的体积 1/10、1/100、1/1 000 稀释,即制得稀标准溶液。

标准溶液的原液保存期一般为 2 个月,当出现混浊、沉淀或颜色有变化时应重新制备。

标准溶液(原液)列出两种配制方法的,使用时可任选一种。

6.1 钾(1mL 溶液含有 1mg K)

6.1.1 称取 2.59g 于 120~130℃干燥至恒重的硝酸钾(KNO_3),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.1.2 称取 1.91g 于 400℃灼烧至恒重的氯化钾(KCl),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混

匀。

6.2 钠(1mL 溶液含有 1mg Na)

称取 2.54g 于 105℃ 干燥 2h 的氯化钠(NaCl),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.3 铜(1mL 溶液含有 1mg Cu)

称取 3.93g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.4 铁(1mL 溶液含有 1mg Fe)

称取 8.63g 硫酸铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加 10mL 硫酸溶液(1+5)移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.5 亚铁(1mL 溶液含有 1mg $\text{Fe}(\text{II})$)

称取 7.02g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于含有 0.5mL 硫酸的水中,移入 1 000mL 量瓶,稀释至刻度,混匀。此标准溶液使用前制备。

6.6 砷(1mL 含有 1mg As)

称取 1.32g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷(As_2O_3),在温热情况下溶于 3mL 氢氧化钠溶液(270g/L)中,移入 1 000mL 量瓶内,稀释至刻度,混匀。

6.7 铅(1mL 溶液含有 1mg Pb)

称取 1.60g 硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$,加 10mL 硝酸溶液(1+9)溶解,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.8 镉(1mL 溶液含有 1mg Cd)

称取 2.03g 氯化镉($\text{CdCl}_2 \cdot 5/2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.9 钙(1mL 溶液含有 1mg Ca)

6.9.1 称取 3.67g 氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.9.2 称取 2.50g 于 105~110℃ 干燥至恒重的碳酸钙(CaCO_3),溶于 25mL 盐酸溶液(1+3)中,煮沸除去二氧化碳,移入 1 000mL 量瓶内,稀释至刻度,混匀。

6.10 镁(1mL 溶液含有 1mg Mg)

6.10.1 称取 10.14g 硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.10.2 称取 1.66g 于 800℃ 灼烧至恒重的氧化镁(MgO),溶于 10mL 盐酸溶液(1+3)中,移入 1 000mL 量瓶内,稀释至刻度,混匀。

6.11 锌(1mL 溶液含有 1mg Zn)

6.11.1 称取 4.40g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.11.2 称取 1.25g 于 800℃ 灼烧 1h 的氧化锌(ZnO),溶于 100mL 硫酸溶液(1+100)中,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.12 锰(1mL 溶液含有 1mg Mn)

6.12.1 称取 3.08g 硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.12.2 称取 2.75g 于 400~500℃ 灼烧至恒重的无水硫酸锰(MnSO_4),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.13 钼(1mL 溶液含有 1mg Mo)

称取 1.84g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.14 硼(1mL 溶液含有 1mg B)

称取 5.72g 预先在浓硫酸干燥器内干燥 24h 的硼酸(H_3BO_3),溶于温热的水中,移入 1 000mL 量瓶内,稀释至刻度,混匀。

6.15 氟化物(1mL 溶液含有 1mg F)

称取 2.21g 氟化物(NaF),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.16 氯化物(1mL 溶液含有 1mg Cl)

称取 1.65g 于 105℃ 干燥 2h 的氯化钠(NaCl),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.17 硫酸盐(1mL 溶液含有 1mg SO_4)

6.17.1 称取 1.81g 硫酸钾(K_2SO_4),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.17.2 称取 1.48g 于 105~110℃ 干燥至恒重的无水硫酸钠(Na_2SO_4),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.18 五氧化二磷(1mL 溶液含有 1mg P_2O_5)

称取 1.92g 于 105℃ 干燥 2h 的磷酸二氢钾(KH_2PO_4),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,加 2~3mL 硝酸,稀释至刻度,混匀。

6.19 二氧化碳(1mL 溶液含有 1mg CO_2)

称取 2.41g 于 250℃ 干燥 4h 的无水碳酸钠(Na_2CO_3),溶于无二氧化碳的水中,移入 1 000mL 量瓶内,用无二氧化碳的水稀释至刻度,混匀。

6.20 二氧化硅(1mL 溶液含有 1 mg SiO_2)

6.20.1 称取 1.00g 预先在 900℃ 灼烧至恒重的硅酸(H_2SiO_3),溶于 8mL 氢氧化钠溶液(270g/L)中,移入 1 000mL 量瓶内,稀释至刻度,混匀。

6.20.2 称取 1.00g 二氧化硅(SiO_2),置于铂坩埚中,加 3.3g 无水碳酸钠,混匀。于 1 000℃ 灼烧至完全熔融,冷却,溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.21 缩二脲(1mL 溶液含有 2mg $\text{NH}_2\text{CONHCONH}_2$)

用氨水溶液(1+9)洗涤缩二脲,然后用水洗涤,直至除去氨水,再用丙酮洗涤除去水,最后在 105℃ 左右干燥。

称取 2.00g 缩二脲 $[(\text{CONH}_2)_2\text{NH}]$,溶于约 450mL 水中,用硫酸溶液(3+1 000)或氢氧化钠溶液(4g/L)调节溶液的 pH 为 7,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.22 硫氰酸盐(1mL 溶液含有 1mg SCN)

称取 1.31g 硫氰酸铵(NH_4SCN),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.23 氨基磺酸(1mL 溶液含有 1mg HOSO_2NH_2)

称取 1.00g 在硫酸干燥器中干燥至恒重的氨基磺酸(HOSO_2NH_2),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.24 镍(1mL 溶液含有 1mg Ni)

6.24.1 称取 4.48g 硫酸镍($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.24.2 称取 4.78g 硫酸镍($\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.25 铬(1mL 溶液含有 1mg Cr)

6.25.1 称取 2.83g 于 120℃ 干燥 4h 的重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$),溶于水,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.25.2 称取 3.73g 于 105℃ 干燥至恒重的铬酸钾(K_2CrO_4),溶于含有 1 滴氢氧化钠溶液(100g/L)的水中,移入 1 000mL 量瓶内,稀释至刻度,混匀。

6.26 钛(1mL 溶液含有 1mg Ti)

6.26.1 称取 15.00g 金属钛(Ti),溶于盐酸溶液(1+1)中,用同样的盐酸溶液稀释至 100mL。配制成三氯化钛溶液(0.1500g/mL)。

称取 21.47g 三氯化钛溶液,加 20mL 盐酸溶液(2+1),移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

6.26.2 称取 0.167g 二氧化钛(TiO_2),置于铂坩埚中,加 2~4g 焦硫酸钾,于 600℃ 灼烧熔融,冷却,用硫酸溶液(3+97)溶解,移入 1 000mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。

7 试剂溶液,制剂和制品的制备

7.1 不含二氧化碳的水

7.1.1 将水注入烧瓶中(水量不超过烧瓶体积的 2/3),煮沸 10min,放置冷却,用装有碱石灰干燥管的橡皮塞塞紧。

7.1.2 制备 10~20L 较大体积的不含二氧化碳的水,可插一玻璃管到容器底部,通氮气到水中 1~2h,以除去被水吸收的二氧化碳。

7.2 饱和硫化氢水溶液

将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中,至饱和为止。

7.3 用乙炔饱和的氯化钠饱和溶液

在 200mL 氯化钠饱和溶液(375g/L)中,加 2 滴甲基橙指示液(1g/L),用盐酸溶液(1+99)酸化至溶液呈红色,然后通入乙炔气至饱和。

7.4 乙酸铅饱和溶液(200g/L)

溶解 50g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 于 250mL 水中。

7.5 乙酸铅棉花

用乙酸铅饱和溶液将脱脂棉浸透,取出以除去多余溶液,贮存于密闭容器中。

7.6 溴化汞试纸

称取 1.25g 溴化汞溶于 25mL 乙醇中,将滤纸放在溶液中浸泡 1h,取出于暗处晾干,保存于密闭的棕色瓶中。

7.7 消化触媒混合物

将 1 000g 硫酸钾和 50g 硫酸铜 $(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ 混合,并仔细研磨。

7.8 二乙基二硫代氨基甲酸银吸收液

7.8.1 二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液(5g/L)

溶解 1.25g 二乙基二硫代氨基甲酸银 $[\text{Ag}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCS}_2]$ 于吡啶中,并用同样吡啶稀释至 250mL,贮存于棕色瓶中。

该溶液在二周内稳定。

7.8.2 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺三氯甲烷溶液

称取 0.25g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用少量三氯甲烷溶解,加入 1.8g 三乙醇胺,用三氯甲烷稀释至 100mL。静置过夜,过滤,贮存于棕色瓶中。放在阴凉处,一周内稳定。

7.9 氯化亚锡盐酸溶液

7.9.1 氯化亚锡盐酸溶液(400g/L)

溶解 40g 氯化亚锡 $(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 在 25mL 水和 75mL 盐酸的混合液中。溶液贮存于棕色瓶中。

7.9.2 氯化亚锡盐酸溶液(100g/L)

称取 100g 氯化亚锡 $(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$,置于盛有 400mL 盐酸溶液(1+1)的烧杯中,热溶液后,用水稀释至 1L,加少量锡粒,贮存于棕色瓶中。

7.10 四苯硼酸钠溶液

7.10.1 四苯硼酸钠溶液(15g/L)

取 15g 四苯硼酸钠 $[\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$ 溶于 960mL 水中,加 4mL 氢氧化钠溶液(400g/L)和 20mL 氯化镁 $(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ 溶液(100g/L),搅拌 15min,静置 24h 后用滤纸过滤。溶液贮存在棕色瓶或聚乙烯瓶中,在一个月內稳定。如发现浑浊,使用前应过滤。

7.10.2 四苯硼酸钠溶液(10g/L)

称取 10g 四苯硼酸钠 $[\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$ 于 500mL 烧杯中,加水约 300mL 使之溶解,加入 2g 氢氧化铝或三氯化铝(溶液如有色需加 2g 活性炭脱色),搅拌 10min,用紧密滤纸过滤。滤液在开始时如呈浑浊,再过滤直至清亮为止。全部滤液收集于 1L 量瓶中,加入 2mL 氢氧化钠溶液(200g/L),稀释至刻度,混匀,静置 48h,备用。

7.11 四苯硼酸钠洗涤液

7.11.1 四苯硼酸钠洗涤液(1.5g/L)

用10份体积水稀释1份体积四苯硼酸钠溶液(15g/L)。

7.11.2 四苯硼酸钠洗涤液(1g/L)

用10份体积水稀释1份体积四苯硼酸钠溶液(10g/L)。

7.12 酒石酸钾钠碱性溶液(50g/L)

称取50g酒石酸钾钠($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶解于水中,加入40g氢氧化钠,稀释至1L。

7.13 溴代十六烷基三甲胺溶液(5g/L)

称取5g溴代十六烷基三甲胺 $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}(\text{CH}_3)_3\text{NBr}]$,加入50mL乙醇使其湿润,加950mL水溶解,混匀。

7.14 氰化钾溶液(100g/L)

称取10g氰化钾溶于水,稀释至100mL。

实验室安全:氰化钾有剧毒,切勿入口,采用次氯酸钠可对氰化物解毒。在含有氰化钾的废液中加入氢氧化钠溶液,待pH值达到10左右后,对1L废液加约30mL漂粉精(含有效氯在60%以上)或约100mL的次氯酸钠溶液(有效氯在10%~13%),放置1h后,和大量水一起排出。

7.15 氮试剂(硝酸灵)溶液(100g/L)

溶解10g氮试剂于95mL水和5mL冰乙酸的混合液中,干过滤,贮存于棕色瓶内,使用前配制。

7.16 乙二醇-双(2-氨基乙基醚)-四乙酸(EGTA)溶液(70g/L)

称取70gEGTA溶解于300mL水中,滴加氢氧化钠溶液(200g/L)至完全溶解后,用水稀释至1L,混匀。

7.17 溴水饱和溶液(50g/L)

称取5g溴,加入100mL水中,溶液贮存在棕色瓶内。操作在通风橱中进行。

7.18 1,10-菲罗啉溶液(2g/L)

称取0.20g1,10-菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)或邻菲罗啉盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$),溶解于水中,稀释至100mL。贮存在棕色瓶中,仅能使用无色溶液。

7.19 抗坏血酸溶液(20g/L)

称取2g抗坏血酸溶于水,稀释至100mL。该溶液使用期限10d。

7.20 乙酸溶液 $[c(\text{CH}_3\text{COOH}) \approx 1\text{mol/L}]$

量取58mL冰乙酸,用水稀释至1L。

7.21 不含硫酸盐的氯化铵溶液

称取10g氯化铵,溶于80mL水中,加1mL盐酸溶液(1+1),煮沸后加入10mL氯化钡溶液(100g/L),混匀后放置12~18h过滤,并稀释至100mL。

7.22 氯化钠饱和溶液(375g/L)

称取150g氯化钠,加入400mL水,充分摇动。

7.23 氯化钾溶液 $[c(\text{KCl}) \approx 1\text{mol/L}]$

称取75g氯化钾溶于水,稀释至1L,混匀。

7.24 乙二胺四乙酸二钠溶液 $[c(\text{EDTA}) \approx 0.2\text{mol/L}]$

称取75g乙二胺四乙酸二钠溶于水,稀释至1L,混匀。

7.25 动物胶溶液(5g/L)

加热溶解0.5g动物胶在水中,稀释至100mL,混匀。

7.26 聚乙烯醇溶液(5g/L)

加热溶解0.5g聚乙烯醇(PVA)在水中,稀释至100mL,混匀。

7.27 氯化钾乙醇溶液(50g/L)

溶解50g氯化钾于500mL水中,用乙醇稀释至1L。

7.28 氟化钾溶液(58g/L)

溶解 94g 氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)在水中,稀释至 1L,贮存于聚乙烯瓶内。

7.29 氯化镧溶液(100g/L)

称取 10g 氯化镧($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),加少量水及 5mL 盐酸溶液(1+1)溶解,用水稀释至 100mL。

7.30 氯化钠-盐酸溶液

将 67g 氯化钠与 8mL 盐酸加到 200mL 水中,在不断搅拌下溶解氯化物,过量氯化钠不必滤去。

7.31 甘油-乙醇溶液

加入 1 份体积甘油于 2 份体积乙醇中,充分混匀。

7.32 甲亚胺-H 酸

称取 18gH 酸钠盐(1-氨基-8-萘酚-3,6-二磺酸钠盐)于 1L 水中,稍加热,使其完全溶解,必要时可过滤分离不溶物。在酸度计上,边搅拌边用氢氧化钠溶液(100g/L)调节 pH 值至 7,然后加盐酸溶液(1+1)调节 pH 值至 1.5,加热到 60℃,边激烈搅拌边徐徐加入 20mL 水杨醛($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$),继续保温搅拌 1h,取出置于冷暗处,静置至少 24h 以上。用大号布氏漏斗抽滤,收集橙红色沉淀,用无水乙醇洗涤沉淀 5~6 次,然后将沉淀于 100℃干燥 3h。取出冷却后用玛瑙研钵研细,放在聚乙烯器皿中,置于干燥器内保存。

7.33 氢氧化钡饱和溶液(35g/L)

称取 65g 氢氧化钡($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至 1L。

7.34 硫酸铁溶液(50g/L)

称取 5g 硫酸铁($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),溶于适量水和 10mL 硫酸溶液(1+1),加热溶解后,用水稀释至 100mL,混匀。

7.35 双硫脲-三氯甲烷溶液(1g/L)

称取 1.0g 双硫脲($\text{CS}(\text{NH})_2\text{N}_2 \cdot (\text{C}_6\text{H}_5)_2$)溶于三氯甲烷(CHCl_3)中,用三氯甲烷稀释至 1L,贮存于棕色瓶中,放于冷暗处。

7.36 双硫脲-四氯化碳溶液(0.1g/L)

称取 0.10g 双硫脲溶于四氯化碳(CCl_4)中,用四氯化碳稀释至 1L。贮存于棕色瓶中,放于冷暗处。

7.37 钒钼酸铵试剂

7.37.1 溶液 a:溶解 1.12g 偏钒酸铵(NH_4VO_3)在 200~300mL 水中,加入 150mL 硝酸。溶液 b:溶解 50g 钼酸铵($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)在少量水中;然后,边搅拌溶液 a,边逐滴加入溶液 b,再加水至 1L。贮存溶液在棕色瓶中,保存过程中如有沉淀生成就不能使用。

7.37.2 溶液 a:将 40g 钼酸铵于 400mL 热水中,冷却。溶液 b:将 2g 偏钒酸铵溶于 250mL 热水中,冷却后加入高氯酸 450mL。在不断搅拌下,把溶液 b 缓缓倒入溶液 a 中,并稀释至 2L。

实验室安全:高氯酸接触易氧化和易燃材料或脱水剂与还原剂时都可能起火或爆炸,操作过程溢出的高氯酸应用大量水彻底冲洗,个人防护可用护目镜和聚氯乙烯手套,但不能用橡胶手套。

7.38 柠檬酸溶液(20g/L)

将 20g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于水,并稀释至 1L。

溶液中加入 0.5g 水杨酸防腐剂易于保存。此溶液 pH 值约为 2.1。

7.39 中性柠檬酸铵溶液(pH=7.0,在 20℃时相对密度 1.09)

溶解 370g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)在 1.5L 水中,加入 345mL 氨水使接近中性,冷却,用酸度计测定溶液 pH 值。以氨水溶液(1+7)或柠檬酸溶液调节溶液 pH=7.0,用水稀释使其在 20℃时相对密度为 1.09,体积约 2L。制备好的溶液贮存在密封塞紧的瓶中,使用时核验 pH 值,如果 pH 值改变,需重新调节 pH=7.0。

7.40 碱性柠檬酸铵溶液(1L 溶液中含 173g 柠檬酸一水物和 42g 以氮形式存在的氮)

7.40.1 氨水溶液(2+3)的制备

2 份体积氨水与 3 份体积水混匀。

7.40.2 氨水溶液(2+3)中氮含量的测定

用单标线吸管吸取 10mL 氨水溶液(2+3),置于预先盛有 400~450mL 水的 500mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。从 500mL 量瓶中吸取 25.0mL 溶液两份,分别移入预先盛有 25mL 水的 250mL 锥形瓶中,加 3 滴甲基红指示液(1g/L),用硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{mol/L}$] 滴定至溶液呈红色。

7.40.3 1L 氨水溶液(2+3)中氮含量(X_1),以氮的质量表示,按式(12)计算:

$$X_1 = \frac{c \cdot V \times 0.01401 \times 1000}{10 \times \frac{25}{500}} = c \cdot V \times 28.02 \quad (12)$$

式中: c ——硫酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——消耗硫酸标准滴定溶液体积, mL;

0.01401——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氮的质量。

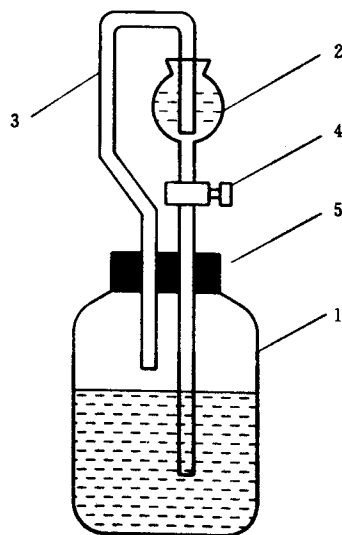
所得结果应表示至一位小数。

7.40.4 配制 V_1 升碱性柠檬酸铵溶液所需氨水溶液(2+3)的体积(V_2 升),按式(13)计算:

$$V_2 = \frac{42V_1}{X_1} = \frac{42V_1}{c \cdot V \times 28.02} = 1.5 \times \frac{V_1}{c \cdot V} \quad (13)$$

式中: c 、 V 同式(12)。

按式(13)计算的体积(V_2)量取氨水溶液(2+3),将其注入试剂瓶中,瓶上应划有欲配的碱性柠檬酸铵溶液体积的标线。仪器装置如图 1。



1—试剂瓶;2—分液漏斗;3—氨气通至漏斗中的管子;4—旋塞;5—橡皮塞

图 1 碱性柠檬酸铵溶液用仪器装置

根据配制每升碱性柠檬酸铵溶液需要 173g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$),称取计算所需柠檬酸用量,再按 173g 柠檬酸需用 200~250mL 水溶解的比例,配制成柠檬酸溶液。经分液漏斗将溶液慢慢注入盛有氨水溶液的试剂瓶中,同时瓶外用大量冷水冷却,然后加水至标线,混匀,静置两昼夜后使用。

此溶液的 pH 值约为 9.6,呈较高的碱性,氨容易逸出,贮存在密闭的容器中。

7.41 喹钼柠酮试剂

溶液 a: 将 70g 钼酸钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)置于 400mL 烧杯中,加入 100mL 水溶解。

溶液 b: 将 60g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)置于 1L 烧杯中,加入 100mL 水溶解后,加 85mL 硝酸。

溶液 c: 将溶液 a 加到溶液 b 中,混匀。

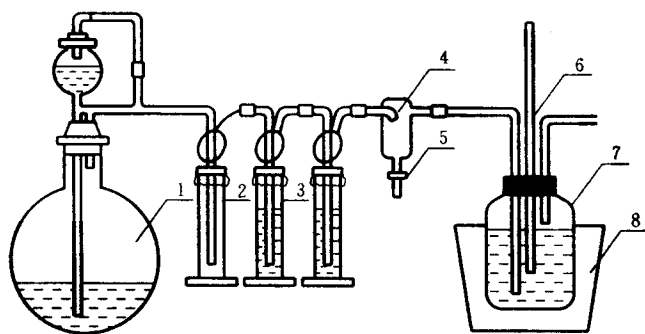
溶液 d: 混合 35mL 硝酸和 100mL 水在 400mL 烧杯中,并加 5mL 喹啉,混匀。

将溶液 d 加入溶液 c 中,混匀,静置一夜,用滤纸或棉花过滤,向滤液中加入 280mL 丙酮,用水稀释至 1L。混匀,溶液贮存在聚乙烯瓶中,放于暗处,避光、避热。

注: 喹钼柠檬试剂受光后若溶液呈浅蓝色,可加入溴酸钾溶液(10g/L)至颜色消失为止。

7.42 卡尔·费休试剂

置 670mL 甲醇或乙二醇甲醚于干燥的 1L 带塞的棕色玻璃瓶中,加约 85g 碘,塞上瓶塞,振荡至碘全部溶解后,加入 270mL 吡啶,盖紧瓶塞,再摇动至完全混合。用下述方法溶解 65g 二氧化硫于溶液中。仪器装置如图 2。



1—二氧化硫气体发生器;2—空洗气瓶;3—浓硫酸洗气瓶;4—分离器;5—接水泵;

6—温度计;7—盛有甲醇、碘、吡啶溶液的吸收瓶;8—冰浴

图 2 二氧化硫发生装置

通入二氧化硫时,用橡皮塞取代瓶塞,橡皮塞上装有温度计,进气玻璃管(离瓶底 10mm,管径为 6mm)和通大气毛细管。

将整个装置及冰浴置于台秤上,称量,称准至 1g,通过软管使二氧化硫钢瓶(或二氧化硫发生器出口)与填充干燥剂(活性硅胶)的干燥塔及进气玻璃管连接,缓缓打开进气开关。

调节二氧化硫流速,使其完全被吸收,进气管中液位无上升现象。

随着重量的缓慢增加,调节台秤砝码以维持平衡,并使溶液温度不超过 20℃,当质量增加达到 65g 时,立即关闭进气开关。

迅速拆去连接软管,再称量玻璃瓶和进气装置,溶解二氧化硫的质量应为 60~70g,稍许过量无妨碍。

盖紧瓶塞后,混合溶液,放置暗处至少 24h 后使用。

此试剂水当量为 3.5~4.5mg/mL,若用甲醇制备,需逐日标定,若用乙二醇甲醚制备,则不必时常标定。

试剂宜贮存于棕色试剂瓶中,放于暗处,防潮。

注: 甲醇、乙二醇甲醚、吡啶等试剂,若水含量大于 0.05%,应于 500mL 试剂加入在 500℃焙烧 2h,并在干燥器中冷却的 5A 分子筛约 50g,放置过夜,吸取上层清液使用。

7.43 不含吡啶的卡尔·费休试剂

置 63g 碘于干燥的 1L 带塞的棕色瓶中,加入 600mL 甲醇,再加入均已于 120℃干燥至恒重的 25g 无水碘化钠和 85g 乙酸钠,塞上瓶塞,振荡至碘及其他盐类溶解(溶液 a)。

通二氧化硫气体于用冰水冷却的甲醇中,使二氧化硫气体的浓度为 $c(\text{SO}_2)=4\text{mol/L}$ (溶液 b)。

加 90mL 溶液 b(含二氧化硫 23g)于溶液 a 中,再用甲醇稀释至 1L,混匀。置于暗处备用。

7.44 甲醛溶液(250g/L)

7.44.1 用多聚甲醛解聚后配制

称取 280g 多聚甲醛,加 800mL 水及 35mL 氨水,加热溶解后趁热过滤或静置两天后取上层清液,按 7.44.3 规定的试验方法测定其甲醛含量,再配制成 250g/L 甲醛溶液。

7.44.2 用工业甲醛溶液或试剂甲醛溶液蒸馏后配制取工业甲醛溶液或试剂甲醛溶液于蒸馏瓶中缓慢加热至 96℃左右,蒸馏至甲醛溶液中甲醇含量约 10g/L(蒸馏至原体积的 1/2),停止加热,按 7.44.3 规定的试验方法测定母液中甲醛含量和甲醇含量。然后用水将母液稀释成甲醇含量小于 10g/L 的 250g/L 甲醛溶液。

7.44.3 甲醛含量和甲醇含量的测定

7.44.3.1 甲醛含量的测定

用单标线吸管吸取 50mL 无水亚硫酸钠溶液(126g/L)置于 250mL 锥形瓶中,加 3 滴酚酞指示液(10g/L),用硫酸标准滴定溶液[$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{mol/L}$]中和至浅红色。用分度吸管加入 3.0mL 甲醛溶液(7.44.1)或(7.44.2),再用硫酸标准滴定溶液滴定至浅红色,经 2min 不消失为终点。

甲醛(HCHO)含量,以 g/L 表示,按式(14)计算:

$$\frac{c \cdot V \times 0.030\ 03}{3.0} \times 1\ 000 = 10.01 \times c \cdot V \dots\dots\dots (14)$$

式中: c ——硫酸标准滴定溶液浓度, mol/L;

V ——滴定用去硫酸标准滴定溶液实际体积, mL;

0.030 03——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液[$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1.000\text{mol/L}$]相当的以克表示的甲醛的质量。

7.44.3.2 甲醇含量的测定

按 GB/T 611 的规定,测定 20℃时甲醛溶液的密度 ρ_{20} 。

由测得的甲醛溶液在 20℃时的密度及按 7.44.3.1 测得的甲醛溶液中甲醛的含量,查“密度-甲醛含量-甲醇含量关系表”(表 13),即得甲醇含量(g/L)。

表 13 密度-甲醛含量-甲醇含量关系表

ρ_{20} m F	1.075	1.076	1.077	1.078
246	2	—	—	—
248	4	—	—	—
250	7	3	—	—
252	9	5	1	—
254	12	8	3	—
256	14	10	6	2
258	—	—	8	4
260	—	—	10	6
262	—	—	—	9
264	—	—	—	12

注: ρ_{20} ——20℃时甲醇溶液的密度, g/mL;

m ——甲醛溶液中甲醇含量, g/L;

F ——甲醛溶液中甲醛含量, g/L。

8 指示剂和指示液的制备

8.1 百里香酚蓝-酚酞混合指示液

取 3 份体积百里香酚蓝溶液(1g/L)和 2 份体积酚酞溶液(1g/L)混合均匀。

8.2 甲基红-亚甲基蓝混合指示液

将 50mL 甲基红溶液(2g/L)和 50mL 亚甲基蓝溶液(1g/L)混合。

8.3 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂

称取 0.1g 酸性铬蓝 K, 0.1g 萘酚绿 B 和 20g 干燥氯化钾, 置于研钵中, 充分研磨混匀, 贮存于棕色广口瓶中。

8.4 溴百里(香)酚蓝-苯酚红混合指示液

0.08g 溴百里酚蓝和 0.1g 苯酚红溶于 20mL 乙醇中, 加水 50mL, 用氢氧化钠溶液(4g/L)调至 pH 为 7.5(红紫色), 再以水稀释至 100mL。

8.5 溴甲酚绿-甲基橙混合指示液

6 份体积溴甲酚绿溶液(1g/L)和 1 份体积甲基橙溶液(1g/L)混合。

8.6 溴甲酚绿-甲基红混合指示液

3 份体积溴甲酚绿溶液(1g/L)与 1 份体积甲基红溶液(1g/L)混合, 摇匀, 贮存于棕色瓶中。

8.7 1,10-菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示液

称取 1.6g 1,10-菲罗啉及 1g 硫酸亚铁铵(或 0.7g 硫酸亚铁), 溶于 100mL 水中, 贮存于棕色瓶中。

8.8 甲基红指示液(1g/L)

称取 0.10g 甲基红, 溶于乙醇, 用乙醇稀释至 100mL。

8.9 溴甲酚绿指示液(2g/L)

称取 0.20g 溴甲酚绿溶解于 6mL 氢氧化钠溶液(4g/L)和 5mL 乙醇中, 用水稀释至 100mL。

8.10 甲基橙指示液(1g/L)

称取 0.10g 甲基橙, 溶于 70℃ 水中, 冷却, 用水稀释至 100mL。

8.11 酚酞指示液(10g/L)

称取 1.0g 酚酞, 溶于乙醇, 用乙醇稀释至 100mL。

8.12 溴(甲)酚蓝指示液(1g/L)

称取 0.10g 溴酚蓝, 溶于乙醇, 用乙醇稀释至 100mL。

8.13 钙指示液(钙羧酸指示剂)

称取 0.20g 钙指示剂[2-羟基-1-(2-羟基-4-磺酸-1-萘偶氮)-3-萘甲酸]($C_{21}H_{14}N_2O_7S$)或其钠盐与 10g 在 105℃ 干燥的氯化钠, 置于研钵中研细混匀。贮存于棕色磨口瓶中。

8.14 铬黑 T 指示剂

将 1.0g 铬黑 T 与 100.0g 干燥的氯化钠, 置于研钵中, 研细混匀。贮存于棕色磨口瓶中。

8.15 铬黑 T 指示液(5g/L)

称取 0.50g 铬黑 T 和 4.5g 氯化羟胺, 溶于乙醇中, 用乙醇稀释至 100mL, 贮存于棕色瓶中。可保持数月不变质。

8.16 百里香酚蓝指示液(1g/L)

溶解 0.10g 百里香酚蓝于 2.2mL 氢氧化钠溶液(4g/L)和 5mL 乙醇中, 稀释至 100mL。

8.17 孔雀绿指示液(1g/L)

称取 0.10g 孔雀绿, 溶于水, 稀释至 100mL。

8.18 二甲酚橙指示液(2g/L)

称取 0.20g 二甲酚橙, 溶于水, 稀释至 100mL。

8.19 二苯偶氮碳酰肼指示液(5g/L)

将 0.50g 二苯偶氮碳酰肼($C_{13}H_{12}ON_4$)溶于乙醇,用乙醇稀释至 100mL。溶液贮存于冰箱中。

8.20 对硝基苯酚指示液(1g/L)

称取 0.10g 对硝基苯酚,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100mL。

8.21 苯酚红指示液(0.2g/L)

将 0.05g 苯酚红,2.85mL 氢氧化钠溶液(2g/L)和 5mL 乙醇一起温热,待溶解后,加入 50mL 乙醇,用水稀释至 250mL。

8.22 达旦黄指示液(0.4g/L)

称取 0.04g 达旦黄,溶于乙醇中,用乙醇稀释至 100mL。

8.23 硫酸铁铵指示液(80g/L)

溶解 8.0g 硫酸铁铵 $[NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 在约 75mL 水中,过滤,加几滴硫酸,稀释至 100mL。

8.24 淀粉指示液(10g/L)

8.24.1 1g 可溶性淀粉与 5mg 红色碘化汞混合,并用足够冷的水调成稀薄的糊状,在不断搅拌下,慢慢注入 100mL 沸水中,煮沸混合物,充分搅拌至稀薄透明的流动形式,冷却后使用。

8.24.2 将 1g 可溶性淀粉与 5mL 水制成糊状,搅拌下将糊状物加入 100mL 水中,煮沸几分钟后冷却,使用期限二周。溶液中加入几滴甲醛溶液,使用期限可延长数月。

9 缓冲溶液的制备

9.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($pH \approx 4.5$)

9.1.1 称取 136g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)溶于 800mL 水中,加入冰乙酸 57.6mL,稀释至 1L。

9.1.2 称取 164g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)溶于水,加 84mL 冰乙酸,稀释 1L。

9.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($pH \approx 4.7$)

称取 136g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)于 300mL 水中,加入 57mL 冰乙酸,用水稀释至 1L。

9.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($pH 5 \sim 6$)

将无水乙酸钠 120g(或 199g $CH_3COONa \cdot 3H_2O$)溶于适量水中,加入冰乙酸 9mL,用水稀释至 1L。

9.4 乙酸铵缓冲溶液($pH \approx 5.2$)

称取 250g 乙酸铵,用水溶解,并稀释至 500mL,在酸度计上用硫酸溶液(1+1)调节溶液 pH 值为 5.2。

9.5 氨-氯化铵缓冲溶液($pH \approx 10$)

9.5.1 称取 54g 氯化铵溶于水,加 350mL 氨水,稀释至 1L。

9.5.2 称取 26.7g 氯化铵溶于水,加 36mL 氨水,稀释至 1L。

9.6 pH 标准缓冲溶液

pH 标准缓冲溶液必须用 pH 基准试剂配制。

9.6.1 苯二甲酸盐标准缓冲溶液 $[c(C_6H_4CO_2HCO_2K) = 0.05mol/L]$

称取 10.21g 于 120℃干燥 2h 的邻苯二甲酸氢钾($C_6H_4CO_2HCO_2K$)溶于无二氧化碳的水,稀释至 1 000mL。

9.6.2 磷酸盐标准缓冲溶液 $[c(KH_2PO_4) = 0.025mol/L, c(Na_2HPO_4) = 0.025mol/L]$

称取 3.40g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 3.55g 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4),溶于无二氧化碳的水,稀释至 1 000mL。

9.6.3 硼酸盐标准缓冲溶液 $[c(Na_2B_4O_7) = 0.01mol/L]$

称取 3.81g 四苯硼酸钠($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$),溶于无二氧化碳的水,稀释至 1 000mL。

表 14 不同温度时,各标准缓冲溶液的 pH 值

温度 C	苯二甲酸盐 标准缓冲溶液	磷酸盐 标准缓冲溶液	硼酸盐 标准缓冲溶液
10	4.00	6.92	9.33
15	4.00	6.90	9.27
20	4.00	6.88	9.22
25	4.01	6.86	9.28
30	4.01	6.85	9.24

附 录 A

(标准的附录)

不同标准溶液浓度的温度补正值

表 A1

mL/L

补 正 值 温度 C	标准 溶液 种类	水和 0.05 mol/L 以下的 各种水溶液	0.1mol/L 和 0.2mol/L 各种水溶液	盐酸溶液 $c(\text{HCl}) =$ 0.5mol/L	盐酸溶液 $c(\text{HCl}) =$ 1mol/L	硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) =$ 0.5mol/L 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH}) =$ 0.5mol/L	硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) =$ 1mol/L 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH}) =$ 1mol/L
5		+1.38	+1.7	+1.9	+2.3	+2.4	+3.6
6		+1.38	+1.7	+1.9	+2.2	+2.3	+3.4
7		+1.36	+1.6	+1.8	+2.2	+2.2	+3.2
8		+1.33	+1.6	+1.8	+2.1	+2.2	+3.0
9		+1.29	+1.5	+1.7	+2.0	+2.1	+2.7
10		+1.23	+1.5	+1.6	+1.9	+2.0	+2.5
11		+1.17	+1.4	+1.5	+1.8	+1.8	+2.3
12		+1.10	+1.3	+1.4	+1.6	+1.7	+2.0
13		+0.99	+1.1	+1.2	+1.4	+1.5	+1.8
14		+0.88	+1.0	+1.1	+1.2	+1.3	+1.6
15		+0.77	+0.9	+0.9	+1.0	+1.1	+1.3
16		+0.64	+0.7	+0.8	+0.8	+0.9	+1.1
17		+0.50	+0.6	+0.6	+0.6	+0.7	+0.8
18		+0.34	+0.4	+0.4	+0.4	+0.5	+0.6
19		+0.18	+0.2	+0.2	+0.2	+0.2	+0.3
20		0.00	0.00	0.00	0.0	0.00	0.00
21		-0.18	-0.2	-0.2	-0.2	-0.2	-0.3
22		-0.38	-0.4	-0.4	-0.5	-0.5	-0.6
23		-0.58	-0.6	-0.7	-0.7	-0.8	-0.9
24		-0.80	-0.9	-0.9	-1.0	-1.0	-1.2
25		-1.03	-1.1	-1.1	-1.2	-1.3	-1.5

表 A1(完)

mL/L

补 正 值 温度 ℃	标准 溶液 种类	水和 0.05 mol/L 以下的 各种水溶液	0.1mol/L 和 0.2mol/L 各种水溶液	盐酸溶液 $c(\text{HCl}) =$ 0.5mol/L	盐酸溶液 $c(\text{HCl}) =$ 1mol/L	硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) =$ 0.5mol/L 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH}) =$ 0.5mol/L	硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) =$ 1mol/L 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH}) =$ 1mol/L
26		-1.26	-1.4	-1.4	-1.4	-1.5	-1.8
27		-1.51	-1.7	-1.7	-1.7	-1.8	-2.1
28		-1.76	-2.0	-2.0	-2.0	-2.1	-2.4
29		-2.01	-2.3	-2.3	-2.3	-2.4	-2.8
30		-2.30	-2.5	-2.5	-2.6	-2.8	-3.2
31		-2.58	-2.7	-2.7	-2.9	-3.1	-3.5
32		-2.86	-3.0	-3.0	-3.2	-3.4	-3.9
33		-3.04	-3.2	-3.3	-3.5	-3.7	-4.2
34		-3.47	-3.7	-3.6	-3.8	-4.1	-4.6
35		-3.78	-4.0	-4.0	-4.1	-4.4	-5.0
36		-4.10	-4.3	-4.3	-4.4	-4.7	-5.3

注

1 本表数值是以 20℃ 为标准温度以实测法测出。

2 表中带有“+”、“-”号的数值是以 20℃ 为分界。室温低于 20℃ 的补正值均为“+”，高于 20℃ 的补正值均为“-”。

3 本表的用法：如 1L 硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\text{mol/L}$ 由 25℃ 换算为 20℃ 时，其体积修正值为 -1.5mL，故 40.00mL 换算为 20℃ 时的体积为： $V_{20} = 40.00 - 1.5/1000 \times 40.00 = 39.94\text{mL}$ 。