

化学工业 标准汇编

无机化工方法卷
通用方法分册

中国石油和化学工业协会
全国化学标委会无机化工分会
中国标准出版社第二编辑室
编



 中国标准出版社

化学工业标准汇编

无机化工方法卷

通用方法分册

中国石油和化学工业协会
全国化学标委会无机化工分会 编
中国标准出版社第二编辑室

中国标准出版社

北 京

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工业标准汇编. 无机化工方法卷. 通用方法分册/
无机化工标委会, 中国标准出版社第二编辑室编.

—北京: 中国标准出版社, 2010

ISBN 978-7-5066-5777-8

I. ①化… II. ①无…②中… III. ①化学工业-标
准-汇编-中国②无机化工-标准-汇编-中国 IV.
①TQ-65②TQ11-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 073921 号

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 21.25 字数 616 千字

2010 年 6 月第一版 2010 年 6 月第一次印刷

*

定价 110.00 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

出版说明

《化学工业标准汇编 无机化工方法卷》分3册出版,分别是:

通用方法分册;

产品方法分册(上);

产品方法分册(下)。

本分册是通用方法分册。收录了截至2010年3月底批准发布的现行有效的化学工业无机化工通用方法中的国家标准和行业标准39项。其中国家标准36项,行业标准3项。

本汇编中的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位以及技术术语存在不尽相同的地方。在本次汇编时,没有对其作出修改,而只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

编者

2010年3月

目 录

GB/T 3049—2006	工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法	1
GB/T 3050—2000	无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法	9
GB/T 3051—2000	无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法	16
GB/T 6284—2006	化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法	25
GB/T 12737—2008	工业用化工产品中以硫酸根表示的痕量硫化物测定的通用方法 还原和 滴定法	30
GB/T 21057—2007	无机化工产品中氟含量测定的通用方法 离子选择性电极法	41
GB/T 21058—2007	无机化工产品中汞含量测定的通用方法 无火焰原子吸收光谱法	51
GB/T 21354—2008	粉末产品 振实密度测定通用方法	58
GB/T 21524—2008	无机化工产品中粒度的测定 筛分法	65
GB/T 21525—2008	无机化工产品中镁含量测定的通用方法 络合滴定法	71
GB/T 23766—2009	固体危险物质冲击感度测定通用方法	77
GB/T 23767—2009	固体化工产品的气态氧化剂中燃烧极限测定的通用方法	95
GB/T 23768—2009	无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则	109
GB/T 23769—2009	无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法	121
GB/T 23770—2009	液体无机化工产品 色度测定通用方法	127
GB/T 23771—2009	无机化工产品中堆积密度的测定	137
GB/T 23772—2009	无机化工产品中总氮含量测定的通用方法 蒸馏-纳氏试剂比色法	141
GB/T 23773—2009	无机化工产品中铵含量测定的通用方法 纳氏试剂比色法	149
GB/T 23774—2009	无机化工产品 白度测定的通用方法	157
GB/T 23840—2009	无机化工产品 电位滴定法通则	163
GB/T 23841—2009	无机化工产品中镉含量测定的通用方法 原子吸收分光光度法	183
GB/T 23842—2009	无机化工产品中硅含量测定通用方法 还原硅钼酸盐分光光度法	191
GB/T 23843—2009	无机化工产品中五氧化二磷含量测定的通用方法	201
GB/T 23844—2009	无机化工产品中硫酸盐测定通用方法 目视比浊法	207
GB/T 23845—2009	无机化工产品中溴化物测定通用方法	211
GB/T 23943—2009	无机化工产品中六价铬含量测定的通用方法 二苯碳酰二肼分光光度法	215
GB/T 23944—2009	无机化工产品中铝测定的通用方法 铬天青 S 分光光度法	223
GB/T 23945—2009	无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 目视比浊法	229
GB/T 23946—2009	无机化工产品中铅含量测定通用方法 原子吸收光谱法	235
GB/T 23947.1—2009	无机化工产品中砷测定的通用方法 第 1 部分:二乙基二硫代氨基甲酸银 光度法	243
GB/T 23947.2—2009	无机化工产品中砷测定的通用方法 第 2 部分:砷斑法	253
GB/T 23948—2009	无机化工产品中水不溶物测定通用方法	259
GB/T 23949—2009	无机化工产品中蒸发残渣测定通用方法	265
GB/T 23950—2009	无机化工产品中重金属测定通用方法	269
GB/T 23951—2009	无机化工产品中灼烧残渣测定通用方法	273

GB/T 23952—2009	无机化工产品中总氮含量测定的通用方法	蒸馏-酸碱滴定法	277
HG/T 3696.1—2002	无机化工产品	化学分析用标准滴定溶液的制备	283
HG/T 3696.2—2002	无机化工产品	化学分析用杂质标准溶液的制备	306
HG/T 3696.3—2002	无机化工产品	化学分析用试剂及制品的制备	318



中华人民共和国国家标准

GB/T 3049—2006/ISO 6685:1982
代替 GB/T 3049—1986

工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

Chemical products for industrial use—General method for determination
of iron content—1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

(ISO 6685:1982, IDT)

2006-12-29 发布

2007-06-01 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

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 6685:1982《工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法》。

本标准与国际标准 ISO 6685:1982(E)在技术内容上相同,但包含下述小的编辑性修改:

- 用小数点“.”代替逗号“,”;
- 用“本标准”代替“本国际标准”;
- 将“附录”改为“附录 A(资料性附录)”。

本标准代替 GB/T 3049—1986《工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法》。

本标准与 GB/T 3049—1986 相比,主要变化如下:

- 试验中所用试剂的浓度均有所改变(1986 年版第 3 章,本版第 4 章);
- 由于试剂浓度的变化,因此加入的试剂量也发生了改变(1986 年版第 5 章,本版第 6 章);
- 增加了光程为 4 cm 或 5 cm 的比色皿,取消了 0.5 cm 和 3 cm 光程的比色皿(1986 年版 4.2,本版 5.1);
- 规定显色时间不少于 15 min(本版第 6 章);
- 依据国际标准,取消了附录 B 中不干扰离子 La^{3+} 、 Ce^{3+} 、 Al^{3+} 、 Th^{4+} 、 ClO_4^- 、 CO_3^{2-} (1986 年版附录 B,本版第 2 章);
- 取消了附录 C、附录 D 中干扰离子 S^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 NO_2^- 、 MnO_4^- 、 Cr^{3+} 、 F^- 及相应的消除干扰方法(1986 年版附录 C、附录 D,本版附录 A);
- 增加了部分干扰离子的消除方法(1986 年版附录 C 和附录 D,本版附录 A)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:天津出入境检验检疫局、山东出入境检验检疫局、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:刘绍从、赵祖亮、刘幽若、孙书军、陆思伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:GB/T 3049—1986。

工业用化工产品 铁含量测定的通用方法

1,10-菲啰啉分光光度法

1 范围

本标准规定了测定化工产品中铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法。

本标准描述了溶液中铁含量的测定技术。在制备试验溶液时,应参考与所分析产品有关的标准对本方法进行必要的修改使其适合产品的测定。

2 适用领域

本标准适用于所取试液中铁含量为 $10\ \mu\text{g}\sim 500\ \mu\text{g}$,其体积不大于 60 mL。

大量的碱金属、钙、锶、钡、镁、锰(Ⅱ)、砷(Ⅲ)、砷(Ⅴ)、铀(Ⅵ)、铅、氯离子、溴离子、碘离子、硫氰酸根、乙酸根、氯酸根、硫酸根、硝酸根、硫离子、偏硼酸根、硒酸根、柠檬酸根、酒石酸根、磷酸根和 100 mg 以下的锆(Ⅳ)在试验溶液中,对测定无干扰。如试验溶液中存在柠檬酸根、酒石酸根、砷酸根或大于 100 mg 的磷酸根,显色速度变慢。

干扰和消除的方法参见附录 A。

3 原理

用抗坏血酸将试液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。在 pH 值为 2~9 时, Fe^{2+} 与 1,10-菲啰啉生成橙红色络合物,在分光光度计最大吸收波长(510 nm)处测定其吸光度。

在特定的条件下,络合物在 pH 值为 4~6 时测定。

4 试剂

分析时只能使用分析纯试剂,蒸馏水或纯度相当的水。

4.1 盐酸,180 g/L 溶液

将 409 mL 质量分数为 38% 的盐酸溶液($\rho=1.19\ \text{g/mL}$)用水稀释至 1 000 mL,并混匀(操作时要小心)。

4.2 氨水,85 g/L 溶液

将 374 mL 质量分数为 25% 氨水($\rho=0.910\ \text{g/mL}$)用水稀释至 1 000 mL 并混匀。

4.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,在 20℃ 时 pH=4.5

称取 164 g 无水乙酸钠用 500 mL 水溶解,加 240 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL。

4.4 抗坏血酸,100 g/L 溶液

该溶液一周后不能使用。

4.5 1,10-菲啰啉盐酸一水合物($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{HCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$),或 1,10-菲啰啉一水合物($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$), 1 g/L 溶液

用水溶解 1 g 1,10-菲啰啉一水合物或 1,10-菲啰啉盐酸一水合物,并稀释至 1 000 mL。

避光保存,使用无色溶液。

4.6 铁标准溶液,每升含有 0.200 g 的铁(Fe)

按下法之一制备。

4.6.1 称取 1.727 g 十二水硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,精确至 0.001 g,用约 200 mL 水溶

解,定量转移至 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硫酸溶液(1+1),稀释至刻度并混匀。

4.6.2 称取 0.200 g 纯铁丝(质量分数为 99.9%),精确至 0.001 g,放入 100 mL 烧杯中,加 10 mL 浓盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。缓慢加热至完全溶解,冷却,定量转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度并混匀。

1 mL 该标准溶液含有 0.200 mg 的铁(Fe)。

4.7 铁标准溶液,每升含有 0.020 g 的铁(Fe)

移取 50.0 mL 铁标准溶液(4.6)至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度并混匀。

1 mL 该标准溶液含有 20 μg 的铁(Fe)。

该溶液现用现配。

5 仪器设备

一般实验室仪器和以下设备。

5.1 分光光度计,带有光程为 1 cm、2 cm、4 cm 或 5 cm 的比色皿。

6 测定步骤

6.1 称样和试液的制备

称样量和试液制备方法按有关产品标准的规定。

6.2 空白试验

在测定试液的同时,用制备试液的全部试剂和相同量制备空白溶液,稀释至相同体积,移取与测定试验时同样体积的试验空白溶液进行空白试验。

6.3 标准曲线的绘制

6.3.1 标准比色液的配制

适用于光程为 1 cm、2 cm、4 cm 或 5 cm 比色皿吸光度的测定。

根据试液中预计的铁含量,按照表 1 指出的范围在一系列 100 mL 容量瓶中,分别加入给定体积的铁标准溶液(4.7)。

6.3.2 显色

每个容量瓶都按下述规定同时同样处理:

如有必要,用水稀释至约 60 mL,用盐酸溶液(4.1)调至 pH 为 2(用精密 pH 试纸检查)。加 1 mL 抗坏血酸溶液(4.4),然后加 20 mL 缓冲溶液(4.3)和 10 mL 1,10-菲啰啉溶液(4.5),用水稀释至刻度,摇匀。放置不少于 15 min。

6.3.3 吸光度的测定

选择适当光程的比色皿(见表 1),于最大吸收波长(约 510 nm)处,以水为参比,将分光光度计(5.1)的吸光度调整到零,进行吸光度测量。

表 1

试液中预计的铁含量/ μg					
50~500		25~250		10~100	
铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量	铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量	铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量
mL	μg	mL	μg	mL	μg
0 ^a	0	0 ^a	0	0 ^a	0
2.50	50	3.00	60	0.50	10
5.00	100	5.00	100	1.00	20

表 1 (续)

试液中预计的铁含量/ μg					
50~500		25~250		10~100	
铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量	铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量	铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量
mL	μg	mL	μg	mL	μg
10.00	200	7.00	140	2.00	40
15.00	300	9.00	180	3.00	60
20.00	400	11.00	220	4.00	80
25.00	500	13.00	260	5.00	100
比色皿光程/cm					
1		2		4 或 5	
a 试剂空白溶液。					

6.3.4 绘图

从每个标准比色液的吸光度中减去试剂空白试液的吸光度,以每 100 mL 含 Fe 量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.4 测定

6.4.1 显色

取一定量的试液(6.1),其中铁含量在 60 mL 中不超过 500 μg ,另取同样体积的试剂空白溶液,必要时,加水至 60 mL,用氨水溶液(4.2)或盐酸溶液(4.1)调整 pH 值为 2,用精密试纸检查 pH。将试液定量转移至 100 mL 的容量瓶内,按 6.3.2 从“加 1 mL 抗坏血酸溶液(4.4)……”开始进行操作。

6.4.2 吸光度的测定

显色后,按 6.3.3 规定的步骤,测定两个试液(6.4.1)的吸光度。

7 结果表述

7.1 计算

由显色后测得的相应的吸光度值从标准曲线(6.3.4)中查得试液和试验空白溶液中的铁含量。与产品相关的国际标准将给出合适的最终结果的计算公式。

7.2 重现性和再现性

7 个试验室对三种铁含量水平的硫酸铝、硫酸铵和硼砂进行比对实验,表 2 给出了其统计结果。

表 2

项 目	硫酸铝			硫酸铵			硼 砂		
平均值(以 Fe 计)/($\mu\text{g/mL}$)	2.209	3.874	6.833	1.152	3.973	5.375	1.189	2.825	5.727
重现性 ^a	1.00	1.16	1.17	0.77	1.11	1.15	1.35	1.77	0.77
再现性 ^a	5.9	3.6	2.5	5.6	4.4	2.2	7.0	3.6	2.3
a 标准偏差 平均值 $\times 100$									

8 试验报告

试验报告应包括以下部分:

- a) 样品的鉴定。

- b) 依据的通用方法和相关产品的国际标准。
- c) 结果和表述方法。
- d) 在测定过程中任何异常情况的提示。
- e) 在本标准或相关的产品标准中不包括的操作或随意的操作情况。

附录 A

(资料性附录)

干 扰

A.1 某些阳离子,特别是锡(V),铋(III),铋(V),钛,锆,铈(III)和铈在 pH 约为 4 的乙酸盐溶液中会水解。但如果有足够的柠檬酸盐和酒石酸盐存在,这些离子仍保持在溶液中。如果用柠檬酸钠(或酒石酸钠)缓冲溶液代替乙酸盐缓冲溶液(4.3),这些阳离子在高达 100 mg 时也不会产生沉淀。如果溶液的温度升至沸点时,显色将加速。如果用柠檬酸盐或酒石酸盐缓冲溶液,6.4.1 规定的试剂添加次序是至关重要的。

另外,柠檬酸盐的存在也能防止不溶磷酸盐的生成。

A.2 如果按通常的步骤,铝离子存在可能会产生水解现象。用柠檬酸盐或酒石酸盐缓冲溶液取代乙酸盐缓冲溶液时,这种干扰可以消除(钛和锆的存在也是如此),如在 pH 值为 3.5 和 4.2 时显色,铝离子无干扰(见 ISO 805¹⁾)。

A.3 镉、锌、镍、钴和铜离子和 1,10-菲罗啉形成可溶性络合物。如果这些金属存在,会妨碍显色,降低吸光度。每 0.1 mg 的铁含量最少显色剂(4.5)用量为 1.7 mL,但当这些干扰金属存在时,需增加要求的试剂。对于每 0.1 mg 的镍、钴或铜,0.5 mg 锌和 3 mg 的钙,需增加 1 mL 的试剂用量。

A.4 溶液中含有带色离子时不能用水做参比测定。以和试液相同组分但不加 1,10-菲罗啉的溶液当作参比。

A.5 如果存在钨(V)或钼(VI),尤其是大量存在时,反应在 pH 为 7 时进行,并应做以下修改:

对含有钨和钼的试液,加 300 g/L 酒石酸溶液 1 mL,用盐酸溶液(4.1)或氨溶液(4.2)调整,至溶液对石蕊稍显碱性。再加 1 mL~2 mL 氨溶液(4.2),稀释至 75 mL,加 1 mL 抗坏血酸溶液(4.4),10 mL 显色剂(4.5)。在 90℃~100℃加热 5 min~10 min,冷却至室温,并稀释至 100 mL。用此方法试液中高达 250 mg 的钨和钼无干扰。

A.6 银与显色剂(4.5)和盐酸形成不稳定的络合物,按以下步骤加入硫代硫酸盐可以防止络合物的生成:

加入足够的 NaCl 溶液使所有的银离子沉淀。加入缓冲溶液调整 pH 值为 3~5,按 6.3.2 的规定加入抗坏血酸。然后加入 25 g/L 五水硫代硫酸钠溶液至沉淀恰好溶解,加 10 mL 显色剂(4.5)以下按 6.3.2 规定继续。用此方法试液中存在高达 100 mg 的银无干扰。

A.7 如果试液有汞(I)或汞(II)存在,那么试液中不允许有氯离子。在这种情况下,用 252 g/L 的硝酸溶液调整 pH 值。试液中每存在 5 mg 的汞,那么除按规定加入显色试剂外,要额外加入 10 mL 的试剂(4.5)。

A.8 试液中存在高于 10 mg 的铈能形成 1,10-菲罗啉高铈酸盐的沉淀。

A.9 焦磷酸盐存在,铁离子显色减慢并且影响铁(III)还原成铁(II)的反应。如果 30 min 后读取吸光值,试液中 2 mg 的焦磷酸盐不会产生严重干扰。通过提高 pH 值,显色将加快,在 pH 值为 8.8 时,试液中允许存在 30 mg 的焦磷酸盐。

1) ISO 805《制铝用氧化铝中铁含量测定 1,10-菲罗啉分光光度法》。

- A. 10 试液中允许存在 500 mg 草酸盐,高于此量显色将不完全。
- A. 11 试液中允许存在 250 mg 的氟化物,高于此量的显色将不完全。铁(Ⅲ)还原成铁(Ⅱ)的反应受影响。
- A. 12 试液中 200 mg 的钒(V)无干扰。
- A. 13 试液中任何硒的存在将被氧化成硒酸盐。1 000 mg 的硒酸盐无干扰。
- A. 14 1 mg 的氰化物无干扰。
-

前 言

本标准非等效采用 ISO 6227:1982《化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法》，是对 GB/T 3050—1982《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法》的修订。

本标准与 ISO 6227:1982 主要差异如下：

——分取用于滴定的溶液中氯离子含量为 0.01mg~75 mg, ISO 6227:1982 为 0.05 mg~75 mg。
这是由于本标准减小了滴定体积进而扩大了测量范围；

——用乙醇代替丙酮，毒性小、经济易得、效果相当；

——指示电极选用 Ag-Ag₂S 电极，增加相应制备方法的附录；

——增加了 0.001 mol/L 硝酸银标准滴定溶液和相应的氯化钾标定溶液；

——增加了干扰物质的排除方法。

本标准与原国标主要差异如下：

——修改了适用范围的表述；

——增加了 ISO 6227:1982 中干扰物质的排除处理等内容。

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

本标准自实施之日起，代替 GB/T 3050—1982。

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：青岛出入境检验检疫局、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：范国强、张 萍、毛旭斌、刘 亮、崔 鹤。

本标准于 1982 年 4 月首次发布。

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 电位滴定法

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

GB/T 3050—2000
neq ISO 6227:1982

代替 GB/T 3050—1982

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——电位滴定法。

本标准适用于氯离子含量在 1 mg/L~1 500 mg/L 的试验溶液。分取用于滴定的试验溶液中氯化物(以 Cl 计)含量为 0.01 mg~75 mg,当使用的硝酸银标准溶液浓度小于 0.02 mol/L 时,滴定应在乙醇-水溶液中进行。

K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Ba^{2+} 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 BO_3^{3-} 、 CO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 均不干扰测定;与 Ag^+ 生成难溶沉淀或络合物的离子及 MnO_4^- 等均干扰测定,其限量与排除方法参见附录 D(提示的附录)和附录 E(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 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

在酸性的水或乙醇-水溶液中,以银(银-硫化银)电极为测量电极〔电极种类的选择见附录 B(标准的附录)〕,甘汞电极为参比电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定,借助于电位突跃确定其反应终点。

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。

4.1 95%乙醇。

4.2 硝酸钾饱和溶液。

4.3 氢氧化钠溶液:200 g/L。

4.4 硝酸溶液:2+3。

4.5 氯化钾标准溶液: $c(KCl)=0.1$ mol/L。准确称取 3.728 g 预先在 130℃ 下烘至恒重的基准氯化钾(称准至 0.001 g),置于烧杯中,加水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

0.01 mol/L、0.005 mol/L、0.001 mol/L 或其他浓度的氯化钾标准滴定溶液:将 0.1 mol/L 氯化钾

国家质量技术监督局 2000-07-31 批准

2001-03-01 实施

标准滴定溶液准确稀释至所需倍数。

4.6 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

0.01 mol/L、0.005 mol/L、0.001 mol/L 或其他浓度的硝酸银标准滴定溶液:将 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液准确稀释至所需倍数。

标定:

用移液管移取 5 mL 或 10 mL 选定浓度的氯化钾标准溶液,置于 50 mL 烧杯中,加 1 滴溴酚蓝指示液,加 1~2 滴硝酸溶液,使溶液恰呈黄色,再加 15 mL 或 30 mL 乙醇,放入电磁搅拌子。将烧杯置于电磁搅拌器上,开动搅拌器,把测量电极和参比电极插入溶液中,连接电位计接线,调整电位计零点,记录起始电位值。

用与氯化钾标准溶液浓度相对应的硝酸银标准滴定溶液进行滴定,先加入 4 mL 或 9 mL,再逐次加入一定体积的浓度为 0.01 mol/L、0.005 mol/L、0.001 mol/L 的硝酸银标准滴定溶液,每次加入量分别为 0.05 mL、0.1 mL 和 0.2 mL(必要时可适当增加),记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积及相对应的电位值 E ,计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定的终点,终点后再继续记录一个电位值 E 。记录格式详见附录 C(标准的附录)。

标定 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液时,应取 25 mL 氯化钾标准溶液(0.1 mol/L),加入 2 mL 硝酸溶液。在水溶液中进行,其他操作与上述步骤相同。

滴定至终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积(V)按式(1)计算:

$$V = V_0 + V_1 \times b/B \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_0 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前所加入硝酸银标准滴定溶液体积, mL;

V_1 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前最后一次所加入硝酸银标准滴定溶液体积, mL;

b —— ΔE_2 最后一次正值;

B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和[见附录 C(标准的附录)];

V ——滴定时消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL。

硝酸银标准滴定溶液的浓度(c)按式(2)计算:

$$c = \frac{c_0 V_2}{V} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c_0 ——所取氯化钾标准溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——所取氯化钾标准溶液的体积, mL。

4.7 溴酚蓝指示液:0.1%乙醇溶液。

5 仪器设备

5.1 电位计:精度为 2 mV/格,量程为 $-500\text{ mV} \sim +500\text{ mV}$ 。

5.2 参比电极:双液接型饱和甘汞电极,内充饱和氯化钾溶液,滴定时外套管内盛饱和硝酸钾溶液和甘汞电极相连接。

5.3 测量电极:银电极或 0.5 mm 银丝(含银 99.9%,与电位计连接时要用屏蔽线)。

当使用的硝酸银标准溶液浓度低于 0.005 mol/L 时,应使用具有硫化银涂层的银电极。制备方法详见附录 A(标准的附录)。

5.4 微量滴定管:分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL。

6 分析步骤

6.1 试验溶液的制备

称取适量的试样用合适的方法处理,或移取经化学处理后的适量试验溶液[使干扰离子不大于规定的限量,参见附录 D(提示的附录)],置于烧杯中,加 1 滴溴酚蓝指示液,用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调