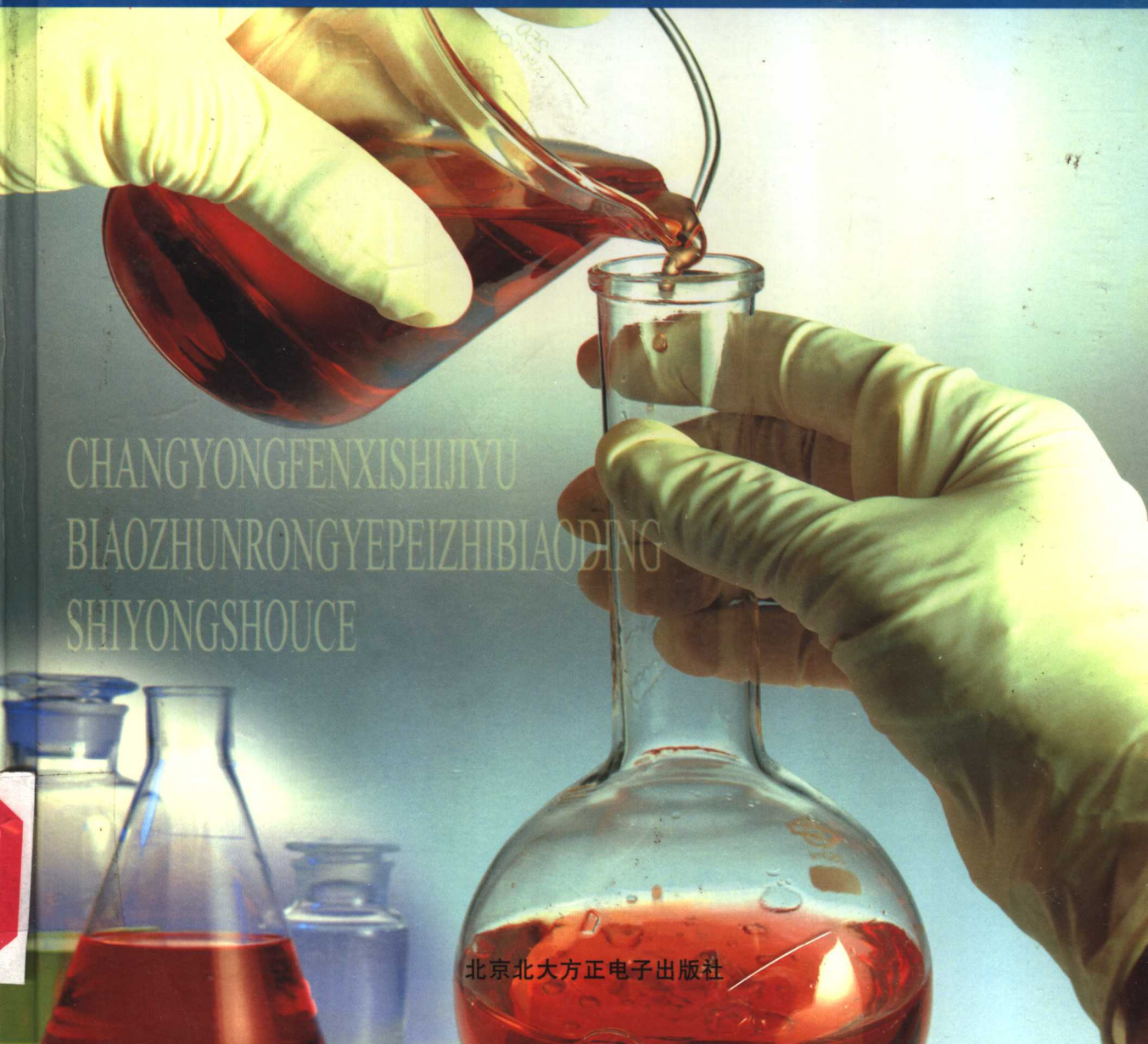


CHANGYONGFENXISHIJIYU
BIAOZHUNRONGYEPEIZHIBIAODINGSHIYONGSHOUCE

常用分析试剂与 标准溶液配制标定实用手册



CHANGYONGFENXISHIJIYU
BIAOZHUNRONGYEPEIZHIBIAODING
SHIYONGSHOUCE

北京北大方正电子出版社

54.1500/B

02

3

常用分析试剂与标准溶液 配制标定实用手册

主编：刘世越

本书是《常用分析试剂与标准溶液配制标定实用手册》光盘的使用说明和对照阅读手册

(第三卷)

北京北大方正电子出版社

目 录

第一篇 综 述

第一章 通用试剂与标准试剂	(3)
第一节 通用试剂	(3)
第二节 标准试剂	(21)
第二章 标准溶液	(26)
第一节 溶液浓度表示方法	(26)
第二节 试剂的配制方法与注意事项	(28)

第二篇 常用试剂配制标定

第一章 酸类常用试剂配制	(47)
第二章 碱类常用试剂配制	(52)
第三章 盐类常用试剂配制	(56)
第四章 氧化物类常用试剂配制	(113)
第五章 单质类常用试剂配制	(115)
第六章 其他常用试剂配制	(118)

第三篇 指示剂配制标定

第一章 酸碱指示剂配制	(121)
第二章 酸碱荧光指示剂配制	(126)
第三章 混合酸碱指示剂配制	(129)
第四章 非水滴定用酸碱指示剂配制	(131)
第一节 滴定碱的常用指示剂	(131)
第二节 滴定酸的常用指示剂	(132)

第三节 混合指示剂	(133)
第四节 氧化还原指示剂	(134)
第五章 金属指示剂配制	(136)
第六章 吸附指示剂配制	(141)
第七章 氧化还原指示剂配制	(143)

第四篇 特殊试剂与制剂配制标定

第一章 分析用特殊试剂配制	(149)
第二章 其他用途特殊试剂和制剂配制	(347)
第一节 催化剂	(347)
第二节 有机合成试剂、氧化剂、还原剂	(355)
第三节 色谱法显色剂	(359)
第四节 胶体、悬浊液、凝胶	(380)
第五节 配位化合物	(383)
第六节 复盐	(384)
第七节 过滤材料、渗透膜、隔膜	(385)
第八节 显影液、定影液、蓝图液、显字液、刻字剂	(388)
第九节 电镀液、电镀检查液、金属镀膜剥离液、腐蚀液	(391)
第十节 染色液、生物组织固定液、培养液	(397)
第十一节 墨水、墨水消去液	(398)
第十二节 汞齐、合金	(399)
第十三节 夜光涂料	(401)
第十四节 火柴药剂	(402)
第十五节 火药、焰火	(403)
第十六节 脱色剂	(404)
第十七节 脱水剂	(405)
第十八节 干燥剂	(408)
第十九节 吸附剂	(411)
第二十节 溶剂	(414)
第二十一节 熔化剂	(418)
第二十二节 胶粘剂	(421)
第二十三节 盐桥制作	(423)
第二十四节 氧化铝膜、铝热剂	(423)
第二十五节 放射性、酚酞度、纤维素粘度、血斑、导热系数等测(鉴)定用 试剂	(424)

第二十六节 混合酸碱·····	(427)
第二十七节 洗液、清洁剂、消毒剂·····	(428)
第二十八节 其 他·····	(429)

第五篇 人名试剂与制剂配制标定

第一章 人名试剂和制剂配制·····	(437)
第二章 气 体·····	(520)
第一节 气体的制备·····	(520)
第二节 气体吸收剂·····	(531)
第三章 试纸制备·····	(537)

第六篇 滴定分析用标准滴定溶液配制标定

第一章 氧化还原滴定用标准滴定溶液·····	(555)
第二章 沉淀滴定用标准滴定溶液·····	(561)
第三章 配位滴定用标准滴定溶液·····	(564)
第四章 有机功能团测定用标准滴定溶液·····	(567)
第五章 非水滴定用标准滴定溶液·····	(570)

第七篇 杂质测定用标准溶液配制标定

第一章 化学试剂杂质测定用标准溶液·····	(575)
第二章 元素和离子的标准溶液·····	(586)

第八篇 色度与浊度标准溶液配制标定

第一章 色度标准溶液·····	(595)
第一节 水质分析用·····	(595)
第二节 化学试剂色度测定用·····	(595)
第三节 药品溶液标准比色液·····	(600)
第二章 浊度标准溶液·····	(602)

第一节 水质分析用	(602)
第二节 药品检测用	(602)

第九篇 缓冲溶液与试剂用水的配制标定

第一章 缓冲溶液配制	(607)
第一节 pH 基准试剂定值用一级 pH 标准缓冲溶液和 pH 标准缓冲溶液的 配制	(607)
第二节 化学试剂 pH 测定用标准缓冲溶液配制	(608)
第三节 指示剂 pH 变色范围测定用缓冲溶液的配制	(610)
第四节 配位滴定用缓冲溶液配制	(615)
第五节 控制反应介质酸碱度的缓冲溶液配制	(616)
第六节 挥发性缓冲溶液的配制	(620)
第七节 25℃时各种不同 pH 的缓冲溶液配制	(622)
第八节 化学试剂、药典测试用缓冲溶液配制	(623)
第二章 配制试剂用水	(625)
第一节 蒸馏水	(625)
第二节 去离子水	(625)
第三节 某些特殊用水	(629)
第四节 实验室用水的贮存	(630)
第五节 水质纯度检验	(630)

第十篇 化学试剂标准和试剂检验

第一章 试剂规格	(643)
第二章 试剂标准	(647)
第一节 试剂标准化的历史	(647)
第二节 试剂标准的款式	(648)
第三节 试剂标准的制订和修订	(650)
第四节 我国和国外几种重要的试剂标准	(650)
第三章 类试剂标准	(654)
第四章 化学试剂化学检验方法及注意事项	(656)
第一节 试剂标准的用途	(656)
第二节 各国试剂规格的比较	(657)
第三节 化学试剂化学检测方法和应注意的事项	(661)

第十一篇 实验室法定计量单位

第一章 法定计量单位概述	(665)
第一节 法定计量单位和我国计量单位制的发展	(665)
第二节 国际单位制和我国的法定计量单位	(667)
第三节 法定计量单位的定义	(671)
第二章 量、单位和词头的名称、符号及使用规则	(677)
第一节 量及量符号	(677)
第二节 单位、词头的名称和符号	(679)
第三章 化学分析中常用的量和单位	(682)
第一节 化学分析中常用的量和单位	(682)
第二节 化学分析中几个重要的量和单位及表达式	(683)
第三节 等物质的量规则和滴定分析的计算	(694)
第四章 地质实验室中常用量的符号和单位	(700)
第五章 地质实验室检测项目的量和单位	(713)
第一节 岩矿化学分析中的量和单位	(713)
第二节 水质分析中的量和单位	(718)
第三节 物性测试中的量和单位	(720)
第四节 煤质分析中的量和单位	(724)
第五节 煤质中不同基的换算公式	(725)
第六节 岩矿化学分析样品检测结果的报出位数	(726)
第六章 检测原始记录及填写要求	(736)
第一节 原始记录的填写内容及要求	(736)
第二节 原始记录中检测结果的表头形式	(737)
第三节 原始记录中检测结果的计算公式	(739)
第四节 关于计算公式中的单位问题	(741)
第五节 原始记录格式	(741)

附录一 化学试剂通用检测方法

pH 值测定通用方法	(753)
酸碱指示剂 pH 值变色域测定通用方法	(756)
酸度和碱度测定通用方法	(767)
溶剂萃取 - 原子吸收光谱法测定金属杂质通用方法	(769)

氮测定通用方法	(772)
氯化物测定通用方法	(776)
硫酸盐测定通用方法	(778)
硫化合物测定通用方法	(780)
密度测定通用方法	(781)
铵测定通用方法	(784)
铝测定通用方法	(785)
硅酸盐测定通用方法	(787)
铁测定通用方法(1,10-菲啰啉法)	(789)
砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)	(791)
砷测定通用方法(砷斑法)	(794)
结晶点测定通用方法	(796)
试剂溶液、制剂及制品的制备	(798)
沸程测定通用方法	(813)
沸点测定通用方法	(820)
总氮量测定通用方法	(823)
草酸盐测定通用方法	(824)
标准溶液的制备	(826)
采样及验收规则	(839)
易炭化物质测定通用方法	(842)
灼烧残渣测定通用方法	(845)
折射率测定通用方法	(847)
还原高锰酸钾物质测定通用方法	(849)
阳极溶出伏安法通则	(851)
色度测定通用方法	(858)
电感耦合高频等离子体原子发射光谱法通则	(861)
水分测定通用方法(卡尔·费休法)	(867)
水不溶物测定通用方法	(871)
火焰原子吸收光谱法通则	(873)
分析实验室用水规格及试验方法	(879)
分子吸收分光光度法	(883)
气相色谱法通则	(893)
熔点范围测定通用方法	(903)
蒸发残渣测定通用方法	(905)
滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备	(906)
羰基化合物测定通用方法	(928)
澄清度试验测定方法	(930)
磷酸盐测定通用方法	(933)

无火焰(石墨炉)原子吸收光谱法	(935)
-----------------------	-------

附录二 产品标准

六水合硫酸铁(Ⅱ)铵(硫酸亚铁铵)	(945)
硫氰酸钾	(950)
溴化钾	(955)
溴酸钾	(961)
碘酸钾	(966)
氨 水	(971)
十水合四硼酸钠(四硼酸钠)	(977)
亚硝酸钠	(982)
六水合硫酸镍(硫酸镍)	(986)
硫酸铵	(991)
碳酸钾	(995)
重铬酸铵	(1001)
四水合钼酸铵(钼酸铵)	(1005)
氯化铵	(1009)
硝酸铵代替	(1015)
硫氰酸铵	(1020)
氢氟酸	(1025)
氢溴酸	(1029)
过硫酸铵	(1034)
盐 酸	(1038)
高氯酸	(1043)
氯化钡	(1049)
氯化锌	(1054)
氧化锌	(1058)
氯化镁	(1063)
三氧化二砷	(1068)
氧化铜(粉状)	(1073)
硫酸铁(Ⅲ)铵	(1077)
溴	(1082)
磷 酸	(1086)
氯化镉	(1093)
活性炭	(1098)

目 录

硝酸钡	(1102)
硝酸钠	(1106)
硫代硫酸钠	(1112)
氯化亚锡	(1117)
无水碳酸钠	(1121)
碳酸氢钠	(1126)
二水合氯化铜(氯化铜)	(1131)
硫酸钾	(1135)
硝酸银	(1140)
硫酸镁	(1145)
硫 酸	(1150)
硝 酸	(1155)
硼 酸	(1159)
氢氧化钠	(1164)
氯酸钾	(1171)
氯化钾	(1176)
硝酸钾	(1182)
八水合氢氧化钡(氢氧化钡)	(1188)
七水合硫酸钴(硫酸钴)	(1193)
磷酸二氢钠	(1198)
硫氨酸钠	(1203)
溴代铵	(1208)
十二水合硫酸铝钾(硫酸铝钾)	(1213)
氟化铵	(1217)
六水合氯化钴(氯化钴)	(1222)
二水合氟化钾(氟化钾)	(1227)
碘化钾	(1232)
铬酸钾	(1238)
亚硫酸氢钠	(1242)
磷酸钠	(1245)
一水合硫酸锰(硫酸锰)	(1249)
偏重亚硫酸钠(焦亚硫酸钠)	(1253)
氧化镁	(1257)
六水合氯化镍(氯化镍)	(1264)
碘	(1269)
磷酸氢二钠	(1272)
氟化钠	(1276)
溴化钠	(1282)

目 录

氯化钠	(1286)
硫酸钡	(1291)
定氮合金	(1295)
氢氧化钾	(1297)
30%过氧化氢	(1303)
无水硫酸钠	(1307)
碳酸钠	(1312)
磷酸氢二铵	(1317)
磷酸二氢铵	(1322)
碳酸钙	(1327)
六水合硝酸钴(硝酸钴)	(1332)
邻苯二甲酸氢钾	(1337)
乙酸铵	(1341)
1,10-菲啰啉	(1345)
二氯甲烷	(1349)
N,N-二甲基甲酰胺	(1353)
三水合乙酸铅(乙酸铅)	(1357)
可溶性淀粉	(1361)
三氯甲烷	(1364)
甲 醇	(1369)
L-胱氨酸	(1373)
无水 L-半胱氨酸盐酸盐	(1376)
六次甲基四胺	(1380)
乙二胺四乙酸二钠	(1384)
草 酸	(1389)
柠檬酸	(1394)
丙 酮	(1400)
丙三醇	(1404)
四氯化碳	(1409)
吡 啶	(1413)
苯	(1417)
苯 胺	(1421)
百里香酚蓝	(1425)
磷酸三丁酯	(1428)
1,2-二氯乙烷	(1431)
甲 酸	(1435)
二水合柠檬酸三钠(柠檬酸三钠)	(1439)
石油醚	(1444)

目 录

三水合乙酸钠(乙酸钠)	(1448)
无水乙酸钠	(1454)
一水合草酸钾(草酸钾)	(1459)
脲(尿素)	(1464)
8-羟基喹啉	(1469)
5-磺基水杨酸	(1473)
乙酸(冰醋酸)	(1478)
乙酸酐	(1483)
乙醇(无水乙醇)	(1488)
草酸钠	(1493)
抗坏血酸	(1498)
甲酚红	(1502)
草酸铵	(1505)
硫 脲	(1510)
乙酸乙酯	(1513)
正丁醇	(1517)
乙 醚	(1522)
溴酚蓝	(1526)
环己烷	(1529)
二甲苯	(1532)
2,2'-联吡啶	(1536)
α -乳糖	(1539)
蔗 糖	(1543)
柠檬酸氢二铵	(1547)
乙酸丁酯	(1551)
酒石酸钾	(1555)
酒石酸钠	(1560)
异戊醇(3-甲基-1-丁醇)	(1565)
异丙醇	(1569)
甲基红	(1573)
丁二酮肟(二甲基乙二醛肟)	(1576)
荧光素	(1579)
曙红(四溴荧光黄)	(1582)
葡萄糖	(1585)
36%乙酸	(1589)
4-甲基-2-戊酮(甲基异丁基甲酮)	(1593)

沸程测定通用方法

(GB/T 615 - 1988)

1 适用范围

本方法规定了用蒸馏法测定液体有机试剂沸程的通用方法。

本方法适用于沸点在 30 - 300℃ 范围以内，并且在蒸馏过程中化学性能稳定的液体有机试剂。

2 定义

本方法采用下列定义：

沸程 沸程系指在标准状态下 (1013.25hPa, 0℃)，样品在产品标准规定的温度范围内馏出的体积不得小于产品标准中规定的极限数值。

3 仪器及装置

a) 支管蒸馏瓶 用硼硅酸盐玻璃制成，有效容积 100mL，见图 1。

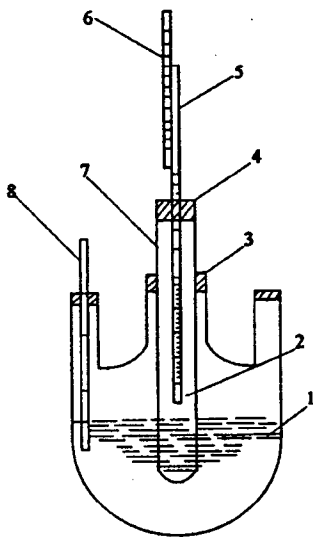


图 1

b) 测量温度计 水银单球内标式，分度值为 0.1℃，量程适合于所测样品的温度范围。

c) 辅助温度计 分度值为 1°C 。

d) 冷凝器 用硼硅酸盐玻璃制成。水冷凝器见图 2，空气冷凝器不设冷凝水套管，其余尺寸均如图 2 所示。

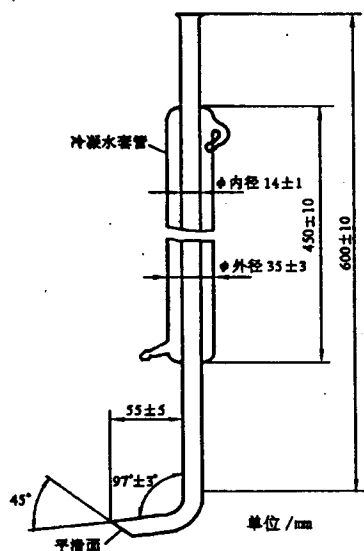


图 2

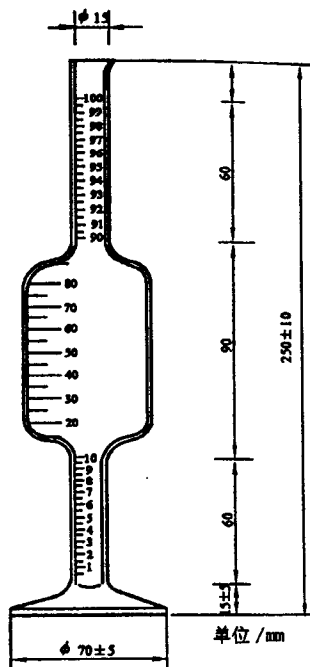


图 3

e) 接收器 容积为 100mL，两端分度值为 0.5mL，见图 3。

f) 蒸馏瓶外罩 横断面呈矩形且上下两端开口，尺寸如图 4 所示，用 0.7mm 厚的金属板制成。

在外罩的正面和后面位于隔热板下方，各有两个直径为 25mm 的气孔。

在外罩各面的底部各有 3 个中心距底边 25mm 的气孔。位于两侧面中央的气孔直径为 25mm，其余 10 个气孔直径均为 12.5mm。

在外罩的两个侧面上各开有一垂直的槽，用于放置蒸馏瓶的支管，尺寸见图 4。

硬质隔热板架厚度为 6mm，中央孔径为 110mm，水平安置于罩内，并与罩的内壁密合，以保证热源的热气流不与蒸馏瓶壁或颈部接触。隔热板架用三角形金属板固定于罩内四角。

在外罩正面设一活动门，尺寸如图 4 所示，其四周约比开口宽 5mm。

在外罩的正面和后面，各设一云母窗置于正中，其底边与隔热板架顶部水平，尺寸如图 4 所示。

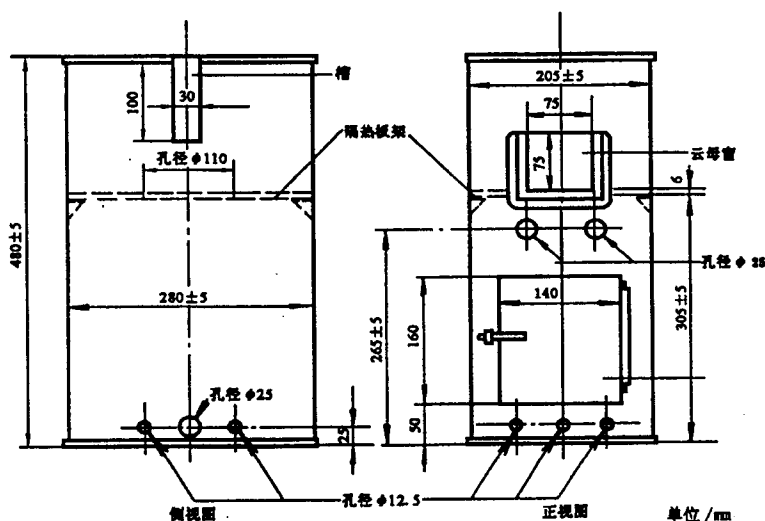


图 4

g) 隔热板 厚度为 6mm，边长为 150mm 的正方形，中央孔径为 50mm。

h) 热源 可使用煤气灯或电加热装置，当样品沸程下限温度低于 80℃时应除去外罩用水浴加热，水浴液面应始终不得超过样品液面。

4 操作

4.1 仪器的安装

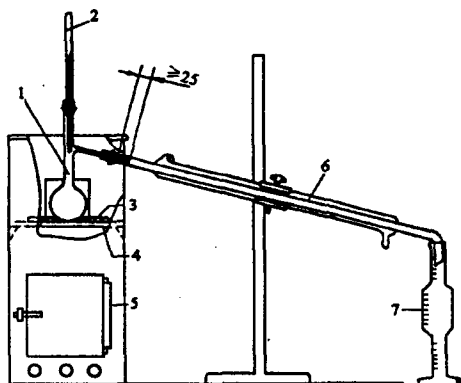


图 5

1-支管蒸馏瓶；2-温度计；3-隔热板；4-隔热板架；5-蒸馏瓶外罩；
6-冷凝器；7-接收器

标准中规定的沸程温度/℃	气压相差 1hPa 的修正值/℃
10 ~ 30	0.026
30 ~ 50	0.029
50 ~ 70	0.030
70 ~ 90	0.032
90 ~ 110	0.034
110 ~ 130	0.035
130 ~ 150	0.038
150 ~ 170	0.039
170 ~ 190	0.041
190 ~ 210	0.043
210 ~ 230	0.044
230 ~ 250	0.047
250 ~ 270	0.048
270 ~ 290	0.050
290 ~ 310	0.052
310 ~ 330	0.053
330 ~ 350	0.056
350 ~ 370	0.057
370 ~ 390	0.059
390 ~ 410	0.061

如图 5 所示安装蒸馏装置。使测量温度计水银球上端与蒸馏瓶的瓶颈和支管接合部的下沿保持水平。

将隔热板放置在隔热板架上，使两个孔基本上同心。将蒸馏瓶置于隔热板的孔上。

4.2 观测沸程温度的计算

4.2.1 气压计读数的修正

4.2.1.1 温度修正

气压计的读数应先按仪器说明书的要求进行校准，然后从气压计读数中减去表中所给的气压计读数修正值，将其修正为 0℃ 时的气压值。

4.2.1.2 纬度修正

将气压计读数加上表中所给的纬度正值。

4.2.2 气压对沸程的修正

沸点随气压的变化值按式 (1) 计算：

$$\Delta t_p = C_V (1013.25 - p) \dots \dots \dots (1)$$

式中 Δt_p ——沸点随气压的变化值，℃；

C_V ——沸点随气压的变化率（见表中沸程温度随气压变化的修正值），℃/hPa；

P ——经 4.2.1.1 和 4.2.1.2 修正后的气压值，hPa。

观测气压下的沸程温度按式 (2) 计算：

$$t_p = t_0 - \Delta t_p \dots \dots \dots (2)$$

式中 t_p ——观测气压下的沸程温度，℃；

t_0 ——产品标准中所规定的沸程温度，℃；

Δt_p ——沸点随气压的变化值，℃。

标准中规定的沸程温度/℃	气压相差 1hPa 的修正值/℃
10 - 30	0.026
30 - 50	0.029
50 - 70	0.030
70 - 90	0.032
90 - 110	0.034
110 - 130	0.035
130 - 150	0.038
150 - 170	0.039
170 - 190	0.041
190 - 210	0.043
210 - 230	0.044