



中华人民共和国国家标准

GB/T 176—1996
eqv ISO 680:1990

水泥化学分析方法

Method for chemical analysis of cement

1996-05-15 发布

1996-12-01 实施

国家技术监督局 发布

目 次

前言	(Ⅲ)
1 范围	(1)
2 引用标准	(1)
3 试验的基本要求	(1)
4 试剂和材料	(2)
5 仪器与设备	(12)
6 水泥试样的制备	(12)
7 烧失量的测定(基准法)	(12)
8 不溶物的测定(基准法)	(13)
9 二氧化硅的测定(基准法)	(14)
10 三氧化二铁的测定(基准法)	(15)
11 三氧化二铝的测定(基准法)	(15)
12 氧化钙的测定(基准法)	(16)
13 氧化镁的测定(基准法)	(16)
14 硫酸盐-三氧化硫的测定(基准法)	(17)
15 二氧化钛的测定(基准法)	(18)
16 一氧化锰的测定(基准法)	(18)
17 氧化钾和氧化钠的测定(基准法)	(19)
18 硫化物的测定(基准法)	(20)
19 二氧化硅的测定(代用法)	(20)
20 三氧化二铝的测定(代用法)	(21)
21 氧化钙的测定(代用法)	(22)
22 氧化镁的测定(代用法)	(22)
23 三氧化二铁的测定(代用法)	(24)
24 一氧化锰的测定(代用法)	(24)
25 氧化钾和氧化钠的测定(代用法)	(25)
26 硫酸盐-三氧化硫的测定(代用法)	(25)
27 氟的测定(代用法)	(27)
28 游离氧化钙的测定(代用法)	(28)

前 言

本标准是根据 ISO 680:1990(E) 水泥——试验方法——化学分析 (Cement—Test method—Chemical analysis) 进行修订的, 在技术内容上与该标准等效, 以适应我国水泥产品的国际贸易, 促进技术和经济交流。

在依据 ISO 680:1990(E) 进行本标准修订时, 考虑到我国水泥品种多及化学成分的特殊性, 保留和补充以下几点内容是必要的。

——在代用法中保留了 GB 176—87 中氟硅酸钾系统的主要成分测定方法、离子交换法与碘量法测定三氧化硫、氟、游离氧化钙等项目, 并补充了硫酸钡-铬酸钡分光光度法测定三氧化硫; 保留原子吸收光谱法测定铁、锰、镁、钾、钠等。

——以 JIS R5202—1989 中原子吸收光谱法代替 ISO 中 DCTA 配位滴定法测定氧化镁是符合我国实际情况的, 且提高了方法的精度和准确性;

——在基准法中保留了 GB 176—87 中钛、钾、钠等项目;

——在配位滴定中本标准仍以目视判定终点。

本标准在编写时结合 GB 176—87 的组织形式, 将测定某一成分的基准法和代用法分别列章, 有助于在实际中的选择应用。

本标准的生效日期起, 同时代替 GB 176—87。

本标准由国家建筑材料工业局提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会归口。

本标准起草单位: 中国建筑材料科学研究院水泥科学研究所。

本标准主要起草人: 庞立湘、刘志兰、肖扬、郑朝华。

本标准首次发布于 1956 年, 第一次修订于 1962 年, 第二次修订于 1976 年, 第三次修订于 1987 年。

本标准委托中国建筑材料科学研究院水泥科学研究所负责解释。

中华人民共和国国家标准

水泥化学分析方法

Method for chemical analysis of cement

GB/T 176—1996
eqv ISO 680:1990

代替 GB 176—87

1 范围

本标准规定了水泥化学分析方法的基准法和在一定条件下被认为能给出同等结果的代用法。在有争议时,以基准法为准。本标准适用于硅酸盐水泥、普通硅酸盐水泥、矿渣硅酸盐水泥、火山灰质硅酸盐水泥、粉煤灰硅酸盐水泥、复合硅酸盐水泥以及制备上述水泥的熟料和适合本标准方法的其他水泥。

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。在标准出版时,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 12573—90 水泥取样方法

3 试验的基本要求

3.1 试验次数与要求

每项测定的试验次数规定为两次。用两次试验平均值表示测定结果。

在进行化学分析时,除另有说明外,必须同时做烧失量的测定;其他各项测定应同时进行空白试验,并对所测结果加以校正。

3.2 质量、体积、体积比、滴定度和结果的表示

用“克”表示质量,精确至 0.0001 g。滴定管体积用“毫升”表示,精确至 0.05 mL。滴定度单位用毫克/毫升(mg/mL)表示;溶液的体积比以三次测定平均值表示,滴定度和体积比经修约后保留有效数字四位。各项分析结果均以百分数计,表示至小数二位。

3.3 允许差

本标准所列允许差均为绝对偏差,用百分数表示。

同一试验室的允许差是指:同一分析试验室同一分析人员(或两个分析人员),采用本标准方法分析同一试样时,两次分析结果应符合允许差规定。如超出允许范围,应在短时间内进行第三次测定(或第三者的测定),测定结果与前两次或任一次分析结果之差值符合允许差规定时,则取其平均值,否则,应查找原因,重新按上述规定进行分析。

不同试验室的允许差是指:两个试验室采用本标准方法对同一试样各自进行分析时,所得分析结果的平均值之差应符合允许差规定。如有争议应商定另一单位按本标准进行仲裁分析。以仲裁单位报出的结果为准,与原分析结果比较,若两个分析结果之差值符合允许差规定,则认为原分析结果无误。

3.4 灼烧

将滤纸和沉淀放入预先已灼烧并恒量的坩埚中,烘干。在氧化性气氛中慢慢灰化,不使有火焰产生,灰化至无黑色炭颗粒后,放入马弗炉中,在规定的温度下灼烧。在干燥器中冷却至室温,称量。

国家技术监督局 1996-05-15 批准

1996-12-01 实施

3.5 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后,通过连续对每次 15 min 的灼烧,然后冷却、称量的方法来检查恒定质量,当连续两次称量之差小于 0.000 5 g 时,即达到恒量。

3.6 检查 Cl^- 离子(硝酸银检验)

按规定洗涤沉淀数次后,用数滴水淋洗漏斗的下端,用数毫升水洗涤滤纸和沉淀,将滤液收集在试管中,加几滴硝酸银溶液(见 4.14),观察试管中溶液是否浑浊。如果浑浊,继续洗涤并定期检查,直至用硝酸银检验不再浑浊为止。

4 试剂和材料

分析过程中,只应使用蒸馏水或同等纯度的水;所用试剂应为分析纯或优级纯试剂。用于标定与配制标准溶液的试剂,除另有说明外应为基准试剂。

除另有说明外,%表示“%(m/m)”。本标准使用的市售浓液体试剂具有下列密度(ρ)(20℃,单位 g/cm³)或%(m/m):

——盐酸(HCl)	1.18~1.19 g/cm ³ 或 36%~38%
——氢氟酸(HF)	1.13 g/cm ³ 或 40%
——硝酸(HNO_3)	1.39~1.41 g/cm ³ 或 65%~68%
——硫酸(H_2SO_4)	1.84 g/cm ³ 或 95%~98%
——高氯酸(HClO_4)	1.60 g/cm ³ 或 70%~72%
——冰醋酸(CH_3COOH)	1.049 g/cm ³ 或 99.8%
——磷酸(H_3PO_4)	1.68 g/cm ³ 或 85%
——过氧化氢(H_2O_2)	1.11 g/cm ³ 或 30%
——甲酸(HCOOH)	1.22 g/cm ³ 或 88%
——氨水($\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$)	0.90~0.91 g/cm ³ 或 25%~28%

在化学分析中,所用酸或氨水,凡未注浓度者均指市售的浓酸或浓氨水。用体积比表示试剂稀释程度,例如:盐酸(1+2)表示:1 份体积的浓盐酸与 2 份体积的水相混合。

4.1 盐酸(1+1);(1+2);(1+9);(1+10);(1+11);(3+97)

4.2 硝酸(1+9)

4.3 硫酸(1+2);(1+4);(1+9);(5+95)

4.4 磷酸(1+1)

4.5 过氧化氢(1+1)

4.6 甲酸(1+1)

4.7 氨水(1+1);(1+2)

4.8 氢氧化钠(NaOH)

4.9 氢氧化钠溶液(10 g/L):将 10 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水中,加水稀释至 1 L。贮存于塑料瓶中。

4.10 氢氧化钠溶液(15 g/L):将 15 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水中,加水稀释至 1 L。贮存于塑料瓶中。

4.11 氢氧化钾溶液(200 g/L):将 200 g 氢氧化钾(KOH)溶于水中,加水稀释至 1 L。贮存于塑料瓶中。

4.12 氯化铵(NH_4Cl)

4.13 无水碳酸钠(Na_2CO_3):将无水碳酸钠用玛瑙研钵研细至粉末状保存。

4.14 硝酸银溶液(5 g/L):将 5 g 硝酸银(AgNO_3)溶于水中,加 10 mL 硝酸(HNO_3),用水稀释至 1 L。

4.15 硝酸铵溶液(20 g/L):将 20 g 硝酸铵(NH_4NO_3)溶于水中,加水稀释至 1 L。

4.16 钼酸铵溶液(50 g/L):将 5 g 钼酸铵[(NH_4)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]溶于水中,加水稀释至 100 mL,过滤后贮存于塑料瓶中。此溶液可保存约一周。

- 4.17 抗坏血酸溶液(5 g/L):将 0.5 g 抗坏血酸(V.C)溶于 100 mL 水中,过滤后使用。用时现配。
- 4.18 焦硫酸钾($K_2S_2O_7$):将市售焦硫酸钾在瓷蒸发皿中加热熔化,待气泡停止发生后,冷却、砸碎,贮存于磨口瓶中。
- 4.19 氯化钡溶液(100 g/L):将 100 g 二水氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)溶于水中,加水稀释至 1 L。
- 4.20 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$)
- 4.21 氯化亚锡-磷酸溶液:将 1 000 mL 磷酸放在烧杯中,在通风橱中于电热板上加热脱水,至溶液体积缩减至 850~950 mL 时,停止加热。待溶液温度降至 100 ℃ 以下时,加入 100 g 氯化亚锡(见 4.20),继续加热至溶液透明,并无大气泡冒出时为止(此溶液的使用期一般以不超过 2 周为宜)。
- 4.22 氨性硫酸锌溶液(100 g/L):将 100 g 硫酸锌($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$)溶于水后加 700 mL 氨水,用水稀释至 1 L,静置 24 h,过滤后使用。
- 4.23 明胶溶液(5 g/L):将 0.5 g 明胶(动物胶)溶于 100 mL 70~80 ℃ 的水中。用时现配。
- 4.24 淀粉溶液(10 g/L):将 1 g 淀粉(水溶性)置于小烧杯中,加水调成糊状后,加入沸水稀释至 100 mL,再煮沸约 1 min,冷却后使用。
- 4.25 硼酸锂:将 74 g 碳酸锂(Li_2CO_3)和 124 g 硼酸(H_3BO_3)混匀,在 400 ℃ 灼烧数小时,研细,保存于塑料器皿中。
- 4.26 氯化锶溶液(锶 50 g/L):将 152.2 g 氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)溶解于水中,用水稀释至 1 L,必要时过滤。
- 4.27 氯化铯溶液(铯 50 g/L):将 63.4 g 光谱纯氯化铯($CsCl$)溶解于水中,用水稀释至 1 L。
- 4.28 二安替比林甲烷溶液(30 g/L 盐酸溶液):将 15 g 二安替比林甲烷($C_{23}H_{24}N_4O_2$)溶于 500 mL 盐酸(1+11)中,过滤后使用。
- 4.29 高碘酸钾(KIO_4)
- 4.30 碳酸钠-硼砂混合熔剂:将 2 份质量的无水碳酸钠(Na_2CO_3)与 1 份质量的无水硼砂($Na_2B_4O_7$)混匀研细。
- 4.31 碳酸铵溶液(100 g/L):将 10 g 碳酸铵 $[(NH_4)_2CO_3]$ 溶解于 100 mL 水中。用时现配。
- 4.32 EDTA-铜溶液:按 $[c(EDTA)=0.015 \text{ mol/L}]$ EDTA 标准滴定溶液(见 4.62)与 $[c(CuSO_4)=0.015 \text{ mol/L}]$ 硫酸铜标准滴定溶液(见 4.63)的体积比(见 4.63.2),准确配制成等浓度的混合溶液。
- 4.33 pH3 的缓冲溶液:将 3.2 g 无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加 120 mL 冰乙酸(CH_3COOH),用水稀释至 1 L,摇匀。
- 4.34 pH4.3 的缓冲溶液:将 42.3 g 无水乙酸钠(CH_3COONa)溶于水中,加 80 mL 冰乙酸(CH_3COOH),用水稀释至 1 L,摇匀。
- 4.35 pH10 的缓冲溶液:将 67.5 g 氯化铵(NH_4Cl)溶于水中,加 570 mL 氨水,加水稀释至 1 L。
- 4.36 三乙醇胺 $[N(CH_2CH_2OH)_3]$:(1+2)
- 4.37 酒石酸钾钠溶液(100 g/L):将 100 g 酒石酸钾钠($C_4H_4KNaO_6 \cdot 4H_2O$)溶于水中,稀释至 1 L。
- 4.38 盐酸羟胺($NH_2OH \cdot HCl$)
- 4.39 氯化钾(KCl):颗粒粗大时,应研细后使用。
- 4.40 氟化钾溶液(150 g/L):称取 150 g 氟化钾($KF \cdot 2H_2O$)于塑料杯中,加水溶解后,用水稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。
- 4.41 氟化钾溶液(20 g/L):称取 20 g 氟化钾($KF \cdot 2H_2O$)溶于水中,稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。
- 4.42 氯化钾溶液(50 g/L):将 50 g 氯化钾(KCl)溶于水中,用水稀释至 1 L。
- 4.43 氯化钾-乙醇溶液(50 g/L):将 5 g 氯化钾(KCl)溶于 50 mL 水中,加入 50 mL 95%(V/V)乙醇(C_2H_5OH),混匀。
- 4.44 pH6.0 的总离子强度配位缓冲液:将 294.1 g 柠檬酸钠($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$)溶于水中,用盐酸(1+1)和氢氧化钠溶液(见 4.10)调整溶液 pH 至 6.0,然后加水稀释至 1 L。

4.45 无水乙醇(C_2H_5OH):含量不低于99.5%(V/V)。

4.46 乙二醇[1,2-(CH_2OH)₂]:含水量小于0.5%(V/V)。每升乙二醇中加入5 mL 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂溶液(见4.76)。

4.47 铬酸钡溶液(10 g/L):称取10 g 铬酸钡($BaCrO_4$)置于1 000 mL 烧杯中,加700 mL 水,边搅拌边缓慢加入50 mL 盐酸(1+1),加热溶解后取下。冷却后移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

4.48 H型732 苯乙烯强酸性阳离子交换树脂(1×12):将250 g 钠型732 苯乙烯强酸性阳离子交换树脂(1×12)用250 mL 95%(V/V)乙醇浸泡过夜,然后倾出乙醇,再用水浸泡6~8 h。将树脂装入离子交换柱(直径约5 cm,长约70 cm)中,用1 500 mL 盐酸(1+3)以每分钟5 mL 的流速进行淋洗。然后再用蒸馏水逆洗交换柱中的树脂,直至流出液中无氯离子(见3.6)。将树脂倒出,用布氏漏斗以抽气泵抽滤,然后贮存于广口瓶中备用(树脂久放后,使用时应用水倾洗数次)。

用过的树脂应浸泡在稀酸中,当积至一定数量后,倾出其中夹带的不溶残渣,然后再用上述方法进行再生。

4.49 氢氧化钠无水乙醇溶液(0.4 g/L):将0.2 g 氢氧化钠($NaOH$)溶于500 mL 无水乙醇(见4.45)中。

4.50 甘油无水乙醇溶液:将220 mL 甘油[$C_3H_5(OH)_3$]放入500 mL 烧杯中,在有石棉网的电炉上加热,在不断搅拌下分批加入30 g 硝酸锶($Sr(NO_3)_2$),直至溶解。然后在160~170℃下加热2~3 h(甘油在加热后易变成微黄色,但对试验无影响),取下,冷却至60~70℃后将其倒入1 L 无水乙醇中。加0.05 g 酚酞指示剂溶液(见4.75),以氢氧化钠-无水乙醇溶液(见4.49)中和至微红色。

4.51 二氧化硅(SiO_2)标准溶液

4.51.1 标准溶液的配制

称取0.2 000 g 经1 000~1 100℃新灼烧过30 min 以上的二氧化硅(SiO_2),精确至0.000 1 g,置于铂坩埚中,加入2 g 无水碳酸钠(见4.13),搅拌均匀,在1 000~1 100℃高温下熔融15 min。冷却,用热水将熔块浸出于盛有热水的300 mL 塑料杯中,待全部溶解后冷却至室温,移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,移入塑料瓶中保存。此标准溶液每毫升含有0.2 mg 二氧化硅。

吸取10.00 mL 上述标准溶液于100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,移入塑料瓶中保存。此标准溶液每毫升含有0.02 mg 二氧化硅。

4.51.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有0.02 mg 二氧化硅的标准溶液0;2.00;4.00;5.00;6.00;8.00;10.00 mL 分别放入100 mL 容量瓶中,加水稀释至约40 mL,依次加入5 mL 盐酸(1+11)、8 mL 95%(V/V)乙醇、6 mL 钼酸铵溶液(见4.16)。放置30 min 后,加入20 mL 盐酸(1+1)、5 mL 抗坏血酸溶液(见4.17),用水稀释至标线,摇匀。放置1 h 后,使用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于660 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的二氧化硅含量的函数,绘制工作曲线。

4.52 二氧化钛(TiO_2)标准溶液

4.52.1 标准溶液的配制

称取0.1000 g 经高温灼烧过的二氧化钛(TiO_2),精确至0.000 1 g,置于铂(或瓷)坩埚中,加入2 g 焦硫酸钾(见4.18),在500~600℃下熔融至透明。熔块用硫酸(1+9)浸出,加热至50~60℃使熔块完全溶解,冷却后移入1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有0.1 mg 二氧化钛。

吸取100.00 mL 上述标准溶液于500 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至标线,摇匀,此标准溶液每毫升含有0.02 mg 二氧化钛。

4.52.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有0.02 mg 二氧化钛的标准溶液0;2.50;5.00;7.50;10.00;12.50;15.00 mL 分别

放入 100 mL 容量瓶中,依次加入 10 mL 盐酸(1+2)、10 mL 抗坏血酸溶液(见 4.17)、5 mL 95%(V/V)乙醇、20 mL 二安替比林甲烷溶液(见 4.28),用水稀释至标线,摇匀。放置 40 min 后,使用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于 420 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的二氧化钛含量的函数,绘制工作曲线。

4.53 一氧化锰(MnO)标准溶液

4.53.1 用硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)配制

4.53.1.1 标准溶液的配制

称取 0.119 g 硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$),精确至 0.000 1 g,置于 300 mL 烧杯中,加水溶解,加入约 1 mL 硫酸(1+1),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升相当于 0.05 mg 一氧化锰。

4.53.1.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升相当于 0.05 mg 一氧化锰的标准溶液 0;2.00;6.00;10.00;14.00;20.00 mL 分别放入 50 mL 烧杯中,加 5 mL 磷酸(1+1)及 10 mL 硫酸(1+1),用水稀释至约 50 mL,加入 0.5~1 g 高碘酸钾(见 4.29),加热微沸 10~15 min 至溶液达到最大的颜色深度,冷至室温,转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。使用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于 530 nm 处测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的一氧化锰含量的函数,绘制工作曲线。

4.53.2 用四氧化三锰(Mn_3O_4)配制

4.53.2.1 标准溶液的配制

称取 0.537 6 g 四氧化三锰(Mn_3O_4 ,光谱纯),精确至 0.000 1 g,置于 300 mL 烧杯中,依次加入 100 mL 水、12 mL 盐酸(1+1),6 滴过氧化氢,加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升相当于 0.5 mg 一氧化锰。

吸取 100.00 mL 上述标准溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升相当于 0.05 mg 一氧化锰。

4.53.2.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升相当于 0.05 mg 一氧化锰的标准溶液 0;5.00;10.00;15.00;20.00;25.00;30.00 mL 分别放入 500 mL 容量瓶中,加入 30 mL 盐酸及 10 mL 氯化锶溶液(见 4.26),用水稀释至标线,摇匀。将原子吸收光谱仪调节至最佳工作状态,在空气-乙炔火焰中,用锰元素空心阴极灯,于 279.5 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的一氧化锰含量的函数,绘制工作曲线。

4.54 三氧化二铁(Fe_2O_3)标准溶液

4.54.1 标准溶液的配制

称取 0.1 000 g 已于 950℃灼烧 1 h 的三氧化二铁(Fe_2O_3 ,高纯试剂),精确至 0.000 1 g,置于 300 mL 烧杯中,依次加入 50 mL 水、30 mL 盐酸(1+1),2 mL 硝酸,低温加热至全部溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有 0.1 mg 三氧化二铁。

4.54.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.1 mg 三氧化二铁的标准溶液 0;10.00;20.00;30.00;40.00;50.00 mL 分别放入 500 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸及 10 mL 氯化锶溶液(见 4.26),用水稀释至标线,摇匀。将原子吸收光谱仪调节至最佳工作状态,在空气-乙炔火焰中,用铁元素空心阴极灯,于 248.3 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的三氧化二铁含量的函数,绘制工作曲线。

4.55 氧化镁(MgO)标准溶液

4.55.1 标准溶液的配制

称取 1.000 g 已于 600℃灼烧过 1.5 h 的氧化镁(MgO),精确至 0.0001 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,再缓缓加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至全部溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有 1.0 mg 氧化镁。

吸取 25.00 mL 上述标准溶液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有 0.05 mg 氧化镁。

4.55.2 工作曲线的绘制

吸取每毫升含有 0.05 mg 氧化镁的标准溶液 0;2.00;4.00;6.00;8.00;10.00;12.00 mL 分别放入 500 mL 容量瓶中,加入 30 mL 盐酸及 10 mL 氯化锶溶液(见 4.26),用水稀释至标线,摇匀。将原子吸收光谱仪调节至最佳工作状态,在空气-乙炔火焰中,用镁元素空心阴极灯,于 285.2 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的氧化镁含量的函数,绘制工作曲线。

4.56 氧化钾(K_2O)、氧化钠(Na_2O)标准溶液

4.56.1 氧化钾标准溶液的配制

称取 0.792 g 已于 130~150℃ 烘过 2 h 的氯化钾(KCl),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于 0.5 mg 氧化钾。

吸取 100.00 mL 上述标准溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于 0.05 mg 氧化钾。

4.56.2 氧化钠标准溶液的配制

称取 0.943 g 已于 130~150℃ 烘过 2 h 的氯化钠(NaCl),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中,此标准溶液每毫升相当于 0.5 mg 氧化钠。

吸取 100.00 mL 上述标准溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于 0.05 mg 氧化钠。

4.56.3 工作曲线的绘制

4.56.3.1 用于火焰光度法的工作曲线的绘制

吸取按 4.56.1 配制的每毫升相当于 0.5 mg 氧化钾的标准溶液 0;1.00;2.00;4.00;6.00;8.00;10.00;12.00 mL 和按 4.56.2 配制的每毫升相当于 0.5 mg 氧化钠的标准溶液 0;1.00;2.00;4.00;6.00;8.00;10.00;12.00 mL 以一一对应的顺序,分别放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。使用火焰光度计,按仪器使用规程进行测定。用测得的检流计读数作为相对应的氧化钾和氧化钠含量的函数,绘制工作曲线。

4.56.3.2 用于原子吸收光谱法的工作曲线的绘制

吸取按 4.56.1 配制的每毫升相当于 0.05 mg 氧化钾的标准溶液 0;5.00;10.00;15.00;20.00;25.00 mL 和按 4.56.2 配制的每毫升相当于 0.05 mg 氧化钠的标准溶液 0;2.00;4.00;6.00;8.00;10.00 mL 以一一对应的顺序,分别放入 500 mL 容量瓶中,加入 30 mL 盐酸。采用空气-乙炔火焰时,加 10 mL 氯化锶溶液(见 4.27)。采用空气-液化石油气火焰时,加 10 mL 氯化锶溶液(见 4.26)。用水稀释至标线,摇匀。将原子吸收光谱仪调节至最佳工作状态,用空气-乙炔火焰,或空气-液化石油气火焰(宽缝燃烧头),用钾元素空心阴极灯和钠元素空心阴极灯,于 766.5 nm 和 589.0 nm 处,以水校零测定溶液的吸光度,用测得的吸光度作为相对应的氧化钾或氧化钠含量的函数,绘制工作曲线。

4.57 三氧化硫(SO_3)标准溶液

4.57.1 标准溶液的配制

称取 0.887 0 g 已于 105℃ 烘过 2 h 的优级纯硫酸钠(Na_2SO_4),精确至 0.000 1 g,置于 300 mL 烧杯中,加水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升相当于 0.5 mg 三氧化硫。

4.57.2 离子强度调节溶液的配制

称取 0.85 g 的三氧化二铁(Fe_2O_3)置于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 盐酸(1+1),盖上表面皿,加热至微沸,待固体全部溶解后,将此溶液缓慢注入已盛有 21.42 g 碳酸钙($CaCO_3$)及 100 mL 水的

1 000 mL 烧杯中,待碳酸钙完全溶解后,加入 250 mL 氨水(1+2),再加入盐酸(1+2)至氢氧化铁沉淀刚好消失,冷却。稀释至约 900 mL,用盐酸(1+1)和氨水(1+1)调节溶液 pH 值在 1.0~1.5 之间(用精密 pH 试纸检验)。转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液每毫升含有氧化钙 12 mg,三氧化二铁 0.85 mg。

4.57.3 工作曲线的绘制

吸取每毫升相当于 0.5 mg 三氧化硫的标准溶液 5.00;10.00;15.00;20.00;25.00;30.00 mL 分别放入 150 mL 容量瓶中,加入 20 mL 离子强度调节溶液(见 4.57.2),用水稀释至 100 mL,加入 10 mL 铬酸钡溶液(见 4.47)并每隔 5 min 摇荡溶液一次。30 min 后,加入 5 mL 氨水(1+2),用水稀释至标线,摇匀。用中速滤纸干过滤,将滤液搜集于 50 mL 烧杯中,使用分光光度计,20 mm 比色皿,以水作参比,于 420 nm 处测定各滤液的吸光度。用测得的吸光度作为相对应的三氧化硫含量的函数,绘制工作曲线。

4.58 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3)=0.03 \text{ mol/L}$]:将 5.4 g 碘酸钾(KIO_3)溶于 200 mL 新煮沸过的冷水中,加入 5 g 氢氧化钠(见 4.8)及 150 g 碘化钾(KI),溶解后移入棕色玻璃下口瓶中,再以新煮沸过的冷水稀释至 5 L,摇匀。

4.59 重铬酸钾基准溶液 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.03 \text{ mol/L}$]

称取 1.471 0 g 已于 150~180℃ 烘过 2 h 的重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$),精确至 0.000 1 g,置于烧杯中,用 100~150 mL 水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

4.60 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.03 \text{ mol/L}$]

4.60.1 标准滴定溶液的配制

将 37.5 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于 200 mL 新煮沸过的冷水中,加入约 0.25 g 无水碳酸钠(见 4.13),搅拌溶解后移入棕色玻璃下口瓶中,再以新煮沸过的冷水稀释至 5 L,摇匀。静置 14 d 后使用。

4.60.2 标定

4.60.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的标定

取 15.00 mL 重铬酸钾基准溶液(见 4.59)放入带有磨口塞的 200 mL 锥形瓶中,加入 3 g 碘化钾(KI)及 50 mL 水,溶解后加入 10 mL 硫酸(1+2),盖上磨口塞,于暗处放置 15~20 min。用少量水冲洗瓶壁及瓶塞,以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入约 2 mL 淀粉溶液(见 4.24),再继续滴定至蓝色消失。

另以 15 mL 水代替重铬酸钾基准溶液,按上述分析步骤进行空白试验。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{0.03 \times 15.00}{V_2 - V_1} \quad \dots\dots\dots (1)$$

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

0.03——重铬酸钾基准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——空白试验时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

15.00——加入重铬酸钾基准溶液的体积, mL。

4.60.2.2 碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液体积比的标定

取 15.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液(见 4.58)于 200 mL 锥形瓶中,加 25 mL 水及 10 mL 硫酸(1+2),在摇动下用硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 4.60)滴定至淡黄色,加入约 2 mL 淀粉溶液(见 4.24),再继续滴定至蓝色消失。

碘酸钾标准滴定溶液与硫代硫酸钠标准滴定溶液体积比按式(2)计算:

$$K_1 = \frac{15.00}{V_3} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: K_1 ——每毫升硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于碘酸钾标准滴定溶液的毫升数;

V_3 ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

15.00——加入碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL。

4.60.2.3 碘酸钾标准滴定溶液对三氧化硫及对硫的滴定度按式(3)及(4)计算:

$$T_{\text{SO}_3} = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V_3 \times 40.03}{15.00} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$T_{\text{S}} = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V_3 \times 16.03}{15.00} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: T_{SO_3} ——每毫升碘酸钾标准滴定溶液相当于三氧化硫的毫克数, mg/mL;

T_{S} ——每毫升碘酸钾标准滴定溶液相当于硫的毫克数, mg/mL;

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_3 ——标定体积比 K_1 时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

40.03—— $(1/2\text{SO}_3)$ 的摩尔质量, g/mol;

16.03—— $(1/2\text{S})$ 的摩尔质量, g/mol;

15.00——标定体积比 K_1 时加入碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL。

4.61 碳酸钙标准溶液 [$c(\text{CaCO}_3) = 0.024 \text{ mol/L}$]

称取 0.6 g (m_1) 已于 105~110℃ 烘过 2 h 的碳酸钙 (CaCO_3), 精确至 0.000 1 g, 置于 400 mL 烧杯中, 加入约 100 mL 水, 盖上表面皿, 沿杯口滴加盐酸 (1+1) 至碳酸钙全部溶解, 加热煮沸数分钟。将溶液冷至室温, 移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

4.62 EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 0.015 \text{ mol/L}$]

4.62.1 标准滴定溶液的配制

称取约 5.6 g EDTA (乙二胺四乙酸二钠盐) 置于烧杯中, 加约 200 mL 水, 加热溶解, 过滤, 用水稀释至 1 L。

4.62.2 EDTA 标准滴定溶液浓度的标定

吸取 25.00 mL 碳酸钙标准溶液 (见 4.61) 于 400 mL 烧杯中, 加水稀释至约 200 mL, 加入适量的 CMP 混合指示剂 (见 4.73), 在搅拌下加入氢氧化钾溶液 (见 4.11) 至出现绿色荧光后再过量 2~3 mL, 以 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈现红色。

EDTA 标准滴定溶液的浓度按式(5)计算:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m_1 \times 25 \times 1\,000}{250 \times V_4 \times 100.09} = \frac{m_1}{V_4} \times \frac{1}{1.000\,9} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_4 ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——按 4.61 配制碳酸钙标准溶液的碳酸钙的质量, g;

100.09—— CaCO_3 的摩尔质量, g/mol。

4.62.3 EDTA 标准滴定溶液对各氧化物滴定度的计算

EDTA 标准滴定溶液对三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的滴定度分别按式(6)、(7)、(8)、(9)计算:

$$T_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 79.84 \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = c(\text{EDTA}) \times 50.98 \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$T_{\text{CaO}} = c(\text{EDTA}) \times 56.08 \quad \dots\dots\dots (8)$$

$$T_{\text{MgO}} = c(\text{EDTA}) \times 40.31 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中: $T_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铁的毫克数, mg/mL;

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于三氧化二铝的毫克数, mg/mL;

T_{CaO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数,mg/mL;

T_{MgO} ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化镁的毫克数,mg/mL;

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,mol/L;

79.84—— $(1/2\text{Fe}_2\text{O}_3)$ 的摩尔质量,g/mol;

50.98—— $(1/2\text{Al}_2\text{O}_3)$ 的摩尔质量,g/mol;

56.08——CaO 的摩尔质量,g/mol;

40.31——MgO 的摩尔质量,g/mol。

4.63 硫酸铜标准滴定溶液 [$c(\text{CuSO}_4)=0.015\text{ mol/L}$]

4.63.1 标准滴定溶液的配制

将 3.7 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加 4~5 滴硫酸(1+1),用水稀释至 1 L,摇匀。

4.63.2 EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定

从滴定管缓慢放出 10~15 mL [$c(\text{EDTA})=0.015\text{ mol/L}$] EDTA 标准滴定溶液(见 4.62)于 400 mL 烧杯中,用水稀释至约 150 mL,加 15 mL pH4.3 的缓冲溶液(见 4.34),加热至沸,取下稍冷,加 5~6 滴 PAN 指示剂溶液(见 4.72),以硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比按式(10)计算:

$$K_2 = \frac{V_5}{V_6} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中: K_2 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数;

V_5 ——EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

V_6 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积,mL。

4.64 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.15\text{ mol/L}$]

4.64.1 标准滴定溶液的配制

将 60 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 10 L 水中,充分摇匀,贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻璃瓶或塑料瓶内。

4.64.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取约 0.8 g (m_2) 苯二甲酸氢钾($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$),精确至 0.000 1 g,置于 400 mL 烧杯中,加入约 150 mL 新煮沸过的已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的冷水,搅拌使其溶解,加入 6~7 滴酚酞指示剂溶液(见 4.75),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(11)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_2 \times 1\,000}{V_7 \times 204.2} \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,mol/L;

V_7 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

m_2 ——苯二甲酸氢钾的质量,g;

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量,g/mol。

4.64.3 氢氧化钠标准滴定溶液对二氧化硅的滴定度按式(12)计算:

$$T_{\text{SiO}_2} = c(\text{NaOH}) \times 15.02 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中: T_{SiO_2} ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于二氧化硅的毫克数,mg/mL;

$c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,mol/L;

15.02—— $(1/4\text{SiO}_2)$ 的摩尔质量,g/mol。

4.65 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.06\text{ mol/L}$]

4.65.1 标准滴定溶液的配制

将 24 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 10 L 水中,充分摇匀,贮存于带胶塞(装有钠石灰干燥管)的硬质玻

璃瓶或塑料瓶内。

4.65.2 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的标定

称取约 0.3 g (m_3) 苯二甲酸氢钾 ($C_8H_5KO_4$), 精确至 0.000 1 g, 置于 400 mL 烧杯中, 加入约 200 mL 新煮沸过的已用氢氧化钠溶液中和至酚酞呈微红色的冷水, 搅拌使其溶解, 加入 6~7 滴酚酞指示剂溶液 (见 4.75), 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(13)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m_3 \times 1\,000}{V_8 \times 204.2} \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_8 ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_3 ——苯二甲酸氢钾的质量, g;

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量, g/mol。

4.65.3 氢氧化钠标准滴定溶液对三氧化硫的滴定度按式(14)计算:

$$T_{\text{SO}_3} = c(\text{NaOH}) \times 40.03 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中: T_{SO_3} ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于三氧化硫的毫克数, mg/mL;

$c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

40.03—— $(1/2\text{SO}_3)$ 的摩尔质量, g/mol。

4.66 氟(F^-)标准溶液

4.66.1 标准溶液的配制

称取 0.276 3 g 已于 500℃ 左右灼烧 10 min (或在 120℃ 烘过 2 h) 的优级纯氟化钠 (NaF), 精确至 0.000 1 g, 置于烧杯中, 加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮存于塑料瓶中。此标准溶液每毫升相当于 0.25 mg 氟。

吸取一定体积的上述标准溶液, 加水稀释成每毫升相当于 0.005; 0.010; 0.020; 0.030 mg 氟的系列标准溶液, 并分别贮存于塑料瓶中。

4.66.2 工作曲线的绘制

吸取 4.66.1 中系列标准溶液各 10.00 mL, 放入置有一根搅拌子的 50 mL 烧杯中, 加入 10.00 mL pH6.0 的总离子强度配位缓冲液 (见 4.44), 将烧杯置于电磁搅拌器 (见 5.8) 上, 在溶液中插入氟离子选择性电极和饱和氯化钾甘汞电极 (见 5.12), 打开磁力搅拌器搅拌 2 min, 停搅 30 s。用离子计或酸度计测量溶液的平衡电位。用单对数坐标纸, 以对数坐标为氟的浓度, 常数坐标为电位值, 绘制工作曲线。

4.67 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$]

4.67.1 标准滴定溶液的配制

将 8.5 mL 盐酸加水稀释至 1 L, 摇匀。

4.67.2 盐酸标准滴定溶液浓度的标定

称取 0.1 g (m_4) 已于 130℃ 烘过 2~3 h 的碳酸钠 (Na_2CO_3), 精确至 0.000 1 g, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 100 mL 水使其完全溶解, 加入 6~7 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂溶液 (见 4.76), 用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液颜色由绿色转变为橙红色。将锥形瓶中溶液加热煮沸 1~2 min, 冷却至室温, 如此时返色, 则再用盐酸标准滴定溶液滴定至出现稳定的橙红色。

盐酸标准滴定溶液的浓度按式(15)计算:

$$c(\text{HCl}) = \frac{m_4 \times 1\,000}{V_9 \times 53.0} \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中: $c(\text{HCl})$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_9 ——滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m_4 ——苯二甲酸氢钾的质量, g;

53.0—— $(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3)$ 的摩尔质量, g/mol。

4.67.3 盐酸标准滴定溶液对氧化钙滴定度的标定

取一定量碳酸钙(CaCO_3)置于铂(或瓷)坩埚中,在 $950\sim 1\,000^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒量(见3.5)。从中称取 $0.04\sim 0.05\text{ g}$ 氧化钙(m_5),精确至 $0.000\,1\text{ g}$,置于干燥的内装一搅拌子的 200 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 乙二醇(见4.46),盖紧锥形瓶,用力摇荡,在 $65\sim 70^\circ\text{C}$ 水浴上加热 30 min ,每隔 5 min 摇荡一次(也可用机械连续振荡代替)。用安有合适孔隙干滤纸的烧结玻璃过滤漏斗抽气过滤。如果过滤速度慢,应在烧结玻璃过滤漏斗上紧密塞一个带有钠石灰管的橡皮塞。用无水乙醇(见4.45)仔细洗涤锥形瓶和沉淀共三次,每次用量 10 mL 。卸下滤液瓶,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液颜色由褐色变为橙色。

盐酸标准滴定溶液对氧化钙的滴定度按式(16)计算:

$$T_{\text{CaO}} = \frac{m_5 \times 1\,000}{V_{10}} \dots\dots\dots (16)$$

式中: T_{CaO} ——每毫升盐酸标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数, mg/mL;

V_{10} ——滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m_5 ——氧化钙的质量, g。

4.68 苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液 [$c(\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH})=0.1\text{ mol/L}$]

4.68.1 标准滴定溶液的配制

将苯甲酸($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$)置于硅胶干燥器中干燥 24 h 后,称取 12.3 g 溶于 1 L 无水乙醇中,贮存在带胶塞(装有硅胶干燥管)的玻璃瓶内。

4.68.2 苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液对氧化钙滴定度的标定

取一定量碳酸钙(CaCO_3)置于铂(或瓷)坩埚中,在 $950\sim 1\,000^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒量(见3.5)。从中称取 $0.04\sim 0.05\text{ g}$ 氧化钙(m_6),精确至 $0.000\,1\text{ g}$,置于 150 mL 干燥的锥形瓶中,加入 15 mL 甘油无水乙醇溶液(见4.50),装上回流冷凝器,在放有石棉网的电炉上加热煮沸,至溶液呈红色后取下锥形瓶,立即以苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液(见4.68.1)滴定至红色消失。再将冷凝器装上,继续加热煮沸至红色出现,再取下滴定。如此反复操作,直至在加热 10 min 后不出现红色为止。

苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液对氧化钙的滴定度按式(17)计算:

$$T_{\text{CaO}} = \frac{m_6 \times 1\,000}{V_{11}} \dots\dots\dots (17)$$

式中: T_{CaO} ——每毫升苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液相当于氧化钙的毫克数, mg/mL;

V_{11} ——滴定时消耗苯甲酸无水乙醇标准滴定溶液的总体积, mL;

m_6 ——氧化钙的质量, g。

4.69 甲基红指示剂溶液:将 0.2 g 甲基红溶于 100 mL 95%(V/V)乙醇中。

4.70 磺基水杨酸钠指示剂溶液:将 10 g 磺基水杨酸钠溶于水中,加水稀释至 100 mL 。

4.71 溴酚蓝指示剂溶液:将 0.2 g 溴酚蓝溶于 100 mL 乙醇(1+4)中。

4.72 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂溶液:将 0.2 g PAN溶于 100 mL 95%(V/V)乙醇中。

4.73 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞混合指示剂(简称CMP混合指示剂):称取 1.000 g 钙黄绿素、 1.000 g 甲基百里香酚蓝、 0.200 g 酚酞与 50 g 已在 105°C 烘干过的硝酸钾(KNO_3)混合研细,保存在磨口瓶中。

4.74 酸性铬蓝K-萘酚绿B混合指示剂:称取 1.000 g 酸性铬蓝K与 2.5 g 萘酚绿B和 50 g 已在 105°C 烘干过的硝酸钾(KNO_3)混合研细,保存在磨口瓶中。

4.75 酚酞指示剂溶液:将 1 g 酚酞溶于 100 mL 95%(V/V)乙醇中。

4.76 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂溶液:将 0.05 g 甲基红与 0.05 g 溴甲酚绿溶于约 50 mL 无水乙醇(见4.45)中,用无水乙醇(见4.45)稀释至 100 mL 。