

王海舟 主编

难熔及中间合金分析 (下册)

● 中国金属学会推荐技术和方法——冶金分析丛书 (卷六)



科学出版社

www.sciencep.com

冶金工程

冶金工程

王德明 主编

难熔及中间合金分析

——难熔合金分析技术——冶金工程系列教材



中国金属学会推荐技术和方法

——冶金分析丛书

卷六

难熔及中间合金分析

(下册)

科学出版社

北 京

内 容 简 介

为了满足技术进步和国民经济发展对各类耐火材料全面性能指标测定的要求,本卷依托“全国分析测试体系”的研究成果,汇集了十多种难熔金属及中间合金中多种成分的各种先进、实用的分析技术和方法,形成了由电感耦合等离子体质谱法、电感耦合等离子体发射光谱法、原子吸收光谱法、X射线荧光光谱法、分光光度法、红外线吸收法、热导法、滴定法以及重量法等技术构成的完整的难熔及中间合金分析体系。

本书可作为从事分析化学研究的科研人员,从事检测工作的厂矿企业分析测试人员,商检、质检和分析测试部门的分析测试人员的常备工具书;也可作为大专院校师生的教学辅助参考书。

图书在版编目(CIP)数据

难熔及中间合金分析(上、下册)/王海舟主编. —北京:科学出版社,2009

(中国金属学会推荐技术和方法——冶金分析丛书·卷六)

ISBN 978-7-03-023794-1

I. 难… II. 王… III. ①难熔合金-合金分析②中间合金-合金分析 IV. TG132.3 TF8

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 206516 号

责任编辑:周乃龙 沈晓晶/责任校对:陈玉凤

责任印制:钱玉芬/封面设计:王 浩

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

双 青 印 刷 厂 印 刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2009 年 4 月第 一 版 开本:850×1168 1/32

2009 年 4 月第一次印刷 印张:39 3/8

印数:1—2 000

字数:1 050 000

定价:98.00 元(上、下册)

(如有印装质量问题,我社负责调换(环伟))

目 录

CSM 06 08 40 02 - 2007 铌合金—锆含量的测定—EDTA 直接滴定法	(619)
CSM 06 08 41 01 - 2007 铌合金—铌含量的测定—单宁酸 水解重量法	(622)
CSM 06 08 41 02 - 2007 铌合金—铌含量的测定—二甲酚橙 光度法	(626)
CSM 06 08 42 01 - 2007 铌合金—钼含量的测定—EDTA 滴定法	(629)
CSM 06 08 42 02 - 2007 铌合金—钼含量的测定—硫脲 还原-硫氰酸盐光度法	(632)
CSM 06 08 42 03 - 2007 铌合金—钼含量的测定—硫代甘醇酸 光度法	(635)
CSM 06 08 42 04 - 2007 铌合金—钼含量的测定—甲苯-3,4- 二硫酚光度法	(639)
CSM 06 08 73 01 - 2007 铌合金—钽含量的测定—苯萃取 孔雀绿光度法	(643)
CSM 06 08 73 02 - 2007 铌合金—钽含量的测定—苯萃取结 晶紫光度法	(646)
CSM 06 08 73 03 - 2007 铌合金—钽含量的测定—二氯乙烷 萃取孔雀绿光度法	(649)
CSM 06 08 73 04 - 2007 铌合金—钽含量的测定—电感耦合 等离子体发射光谱法	(653)
CSM 06 08 74 01 - 2007 铌合金—钨含量的测定—硫氰酸盐 光度法	(657)
CSM 06 08 74 02 - 2007 铌合金—钨含量的测定—电感耦合	

等离子体发射光谱法	(661)
CSM 06 08 91 01 - 2007 铌合金—锆、钛含量的测定—EDTA 滴定法	(665)
CSM 06 08 94 01 - 2007 铌合金—钛、锆、钎、钽、钨、钼含量 的测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(670)
CSM 06 08 94 02 - 2007 铌合金—铁、钴、镍、铬、铜、锰、钒 含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(677)
CSM 06 09 41 01 - 2007 铌锡(Nb ₃ Sn)合金—铌含量的测定— 酸解重量法	(684)
CSM 06 09 41 02 - 2007 铌锡(Nb ₃ Sn)合金—铌含量的测定— 过氧化氢光度法	(686)
CSM 06 09 50 01 - 2007 铌锡(Nb ₃ Sn)合金—锡含量的测定— EDTA 滴定法	(689)
CSM 06 10 01 01 - 2007 锆及锆合金—氢含量的测定—真空 加热—气相色谱法	(692)
CSM 06 10 05 01 - 2007 锆及锆合金—硼含量的测定—姜黄素 光度法	(696)
CSM 06 10 06 01 - 2007 锆及锆合金—碳含量的测定—燃烧— 库仑滴定法	(699)
CSM 06 10 07 01 - 2007 锆及锆合金—氮含量的测定—蒸馏 分离—奈氏试剂光度法	(702)
CSM 06 10 08 01 - 2007 锆及锆合金—氧含量的测定—惰气 熔融—库仑滴定法	(705)
CSM 06 10 12 01 - 2007 锆及锆合金—镁含量的测定—火焰 原子吸收光谱法	(708)
CSM 06 10 13 01 - 2007 锆及锆合金—铝含量的测定—铬天 青 S 光度法	(711)
CSM 06 10 14 01 - 2007 锆及锆合金—硅含量的测定—硅钼蓝 光度法	(715)
CSM 06 10 17 01 - 2007 锆及锆合金—氯含量的测定—氯化银	

浊度法	(718)
CSM 06 10 21 01 - 2007 锆及锆合金—钒含量的测定—钽试剂 光度法	(721)
CSM 06 10 22 01 - 2007 锆及锆合金—钛含量的测定—二安 替比林甲烷光度法	(724)
CSM 06 10 24 01 - 2007 锆及锆合金—铬含量的测定—二苯 碳酰二胍光度法	(727)
CSM 06 10 25 01 - 2007 锆及锆合金—锰含量的测定—高碘 酸盐光度法	(730)
CSM 06 10 26 01 - 2007 锆及锆合金—铁含量的测定—1,10- 二氮杂菲光度法	(733)
CSM 06 10 27 01 - 2007 锆及锆合金—钴含量的测定—亚硝基 R 盐光度法	(736)
CSM 06 10 28 01 - 2007 锆及锆合金—镍含量的测定— 丁二酮肟光度法	(740)
CSM 06 10 29 01 - 2007 锆及锆合金—铜含量的测定— 新铜试剂光度法	(743)
CSM 06 10 42 01 - 2007 锆及锆合金—钼含量的测定— 硫氰酸盐光度法	(746)
CSM 06 10 48 01 - 2007 锆及锆合金—镉含量的测定—示 波极谱法	(749)
CSM 06 10 50 01 - 2007 锆及锆合金—锡含量的测定— 碘酸钾滴定法	(753)
CSM 06 10 50 02 - 2007 锆及锆合金—锡含量的测定— 苯基荧光酮-OP 光度法	(756)
CSM 06 10 72 01 - 2007 锆及锆合金—铅含量的测定—直 流电弧-发射光谱法	(760)
CSM 06 10 74 01 - 2007 锆及锆合金—钨含量的测定—硫 氰酸盐光度法	(763)
CSM 06 10 82 01 - 2007 锆及锆合金—铅含量的测定—	

示波极谱法	(766)
CSM 06 10 92 01 - 2007 锆及锆合金—铈含量的测定—示波极谱法	(770)
CSM 06 11 05 01 - 2007 硼化锆—总硼量的测定—酸碱滴定法	(774)
CSM 06 11 13 01 - 2007 硼化锆—总铝量的测定—EDTA 滴定法	(777)
CSM 06 11 14 01 - 2007 硼化锆—总硅量的测定—硫酸脱水重量法	(780)
CSM 06 11 22 01 - 2007 硼化锆—总钛量的测定—铝还原—三氯化铁滴定法	(783)
CSM 06 11 26 01 - 2007 硼化锆—总铁量的测定—EDTA 滴定法	(787)
CSM 06 11 40 01 - 2007 硼化锆—总锆量的测定—EDTA 滴定法	(790)
CSM 06 12 06 01 - 2007 金属铬—碳含量的测定—高频燃烧—红外吸收法	(793)
CSM 06 12 07 01 - 2007 金属铬—氮含量的测定—惰气熔融—热导法	(797)
CSM 06 12 08 01 - 2007 金属铬—氧含量的测定—惰气熔融—红外吸收法	(801)
CSM 06 12 13 01 - 2007 金属铬—铝含量的测定—EDTA 滴定法	(805)
CSM 06 12 13 02 - 2007 金属铬—铝含量的测定—火焰原子吸收光谱法	(809)
CSM 06 12 14 01 - 2007 金属铬—硅含量的测定—高氯酸脱水重量法	(812)
CSM 06 12 14 02 - 2007 金属铬—硅含量的测定—硅钼蓝光度法	(814)
CSM 06 12 15 01 - 2007 金属铬—磷含量的测定—磷钼蓝	

光度法	(817)
CSM 06 12 16 01 - 2007 金属铬—硫含量的测定—燃烧— 中和滴定法	(820)
CSM 06 12 16 02 - 2007 金属铬—硫含量的测定—高频燃 烧红外吸收法	(825)
CSM 06 12 24 01 - 2007 金属铬—铬含量的测定—硫酸亚 铁铵滴定法	(829)
CSM 06 12 26 01 - 2007 金属铬—铁含量的测定—EDTA 滴定法	(833)
CSM 06 12 26 02 - 2007 金属铬—铁含量的测定—火焰原子 吸收光谱法	(836)
CSM 06 12 29 01 - 2007 金属铬—铜含量的测定—铜试剂 光度法	(839)
CSM 06 12 29 02 - 2007 金属铬—铜含量的测定—火焰原 子吸收光谱法	(842)
CSM 06 12 33 01 - 2007 金属铬—砷含量的测定—蒸馏分 离-砷钼蓝光度法	(846)
CSM 06 12 50 01 - 2007 金属铬—锡含量的测定—茜素紫 光度法	(850)
CSM 06 12 50 02 - 2007 金属铬—锡含量的测定—石墨炉 原子吸收光谱法	(854)
CSM 06 12 51 01 - 2007 金属铬—锑含量的测定—结晶紫 光度法	(857)
CSM 06 12 82 01 - 2007 金属铬—铅含量的测定—示波极 谱法	(860)
CSM 06 12 83 01 - 2007 金属铬—铋含量的测定—示波极 谱法	(864)
CSM 06 12 91 01 - 2007 金属铬—铁和铝含量的测定— EDTA 滴定法	(868)
CSM 06 12 93 01 - 2007 金属铬—砷、锑、铋含量的测定—	

氢化物发生原子荧光光谱法	(872)
CSM 06 12 93 02 - 2007 金属铬—硒和碲含量的测定—氢 化物发生原子荧光光谱法	(876)
CSM 06 12 94 01 - 2007 金属铬—硅、锰、磷、镍、钼、铜、钒、 钴、钛、铝、铁、镁含量的测定—电感耦合等离子体发射 光谱法	(880)
CSM 06 12 96 01 - 2007 金属铬—14 个杂质元素含量的测 定—电感耦合等离子体质谱法	(890)
CSM 06 13 08 01 - 2007 金属钒—氧含量的测定—惰性熔 融—气相色谱法	(897)
CSM 06 13 13 01 - 2007 金属钒—铝含量的测定—铬天青 S-TPC 光度法	(901)
CSM 06 13 14 01 - 2007 金属钒—硅含量的测定—正丁醇萃 取—硅钼蓝光度法	(905)
CSM 06 13 15 01 - 2007 金属钒—磷含量的测定—共沉淀— 萃取分离—磷钼蓝光度法	(909)
CSM 06 13 16 01 - 2007 金属钒—硫含量的测定—硫酸钡 重量法	(913)
CSM 06 13 16 02 - 2007 金属钒—硫含量的测定—蒸馏分 离—示波极谱法	(917)
CSM 06 13 23 01 - 2007 金属钒—钒含量的测定—高锰酸钾 氧化—亚铁滴定法	(922)
CSM 06 13 24 01 - 2007 金属钒—铬含量的测定—二苯基 碳酰二肼光度法	(926)
CSM 06 13 26 01 - 2007 金属钒—铁含量的测定—邻二氮 杂菲直接光度法	(930)
CSM 06 13 26 02 - 2007 金属钒—铁含量的测定—异戊醇 萃取光度法	(933)
CSM 06 13 26 03 - 2007 金属钒—铁含量的测定—火焰原 子吸收光谱法	(936)

CSM 06 13 29 01 - 2007 金属钒—铜含量的测定—火焰原子吸收光谱法	(940)
CSM 06 13 93 01 - 2007 金属钒—砷、锑、铋含量的测定—氢化物发生-原子荧光光谱法	(944)
CSM 06 13 94 01 - 2007 金属钒—硅、锰、磷、镍、钼、铜、铬、钴、钛、铝、铁、镁含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(948)
CSM 06 13 96 01 - 2007 金属钒—14 个杂质元素含量的测定—电感耦合等离子体质谱法	(959)
CSM 06 14 06 01 - 2007 金属锰—碳含量的测定—燃烧-红外吸收法	(966)
CSM 06 14 06 02 - 2007 金属锰—碳含量的测定—燃烧-库仑滴定法	(971)
CSM 06 14 14 01 - 2007 金属锰—硅含量的测定—硅钼蓝光度法	(975)
CSM 06 14 14 02 - 2007 金属锰—硅含量的测定—高氯酸脱水重量法	(979)
CSM 06 14 15 01 - 2007 金属锰—磷含量的测定—磷钼蓝光度法	(982)
CSM 06 14 16 01 - 2007 金属锰—硫含量的测定—燃烧-红外吸收法	(986)
CSM 06 14 16 02 - 2007 金属锰—硫含量的测定—燃烧-中和滴定法	(990)
CSM 06 14 25 01 - 2007 金属锰—锰含量的测定—电位滴定法	(995)
CSM 06 14 26 01 - 2007 金属锰—铁含量的测定—三氯化钛-重铬酸钾滴定法	(999)
CSM 06 14 26 02 - 2007 金属锰—铁含量的测定—邻二氮杂菲光度法	(1003)
CSM 06 14 34 01 - 2007 金属锰—硒含量的测定—盐酸联	

氨还原-碘量法	(1007)
CSM 06 14 94 01 - 2007 金属锰—铁、硅、磷、硒含量的测 定—电感耦合等离子体发射光谱法	(1011)
CSM 06 14 94 02 - 2007 金属锰—铝、钙、镁、铁、镍、铜含量 的测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(1016)
CSM 06 15 01 01 - 2007 钛及钛合金—氢含量的测定—真 空加热-气相色谱法	(1022)
CSM 06 15 05 01 - 2007 钛及钛合金—硼含量的测定— 次甲基蓝萃取光度法	(1026)
CSM 06 15 05 02 - 2007 钛及钛合金—硼含量的测定—电 感耦合等离子体发射光谱法	(1030)
CSM 06 15 06 01 - 2007 钛及钛合金—碳含量的测定—燃 烧-库仑滴定法	(1033)
CSM 06 15 07 01 - 2007 钛及钛合金—氮含量的测定—蒸 馏分离-奈氏试剂光度法	(1036)
CSM 06 15 07 02 - 2007 钛及钛合金—氮含量的测定—惰 气熔融-热导法	(1040)
CSM 06 15 08 01 - 2007 钛及钛合金—氧含量的测定—惰 气熔融-库仑滴定法	(1045)
CSM 06 15 12 01 - 2007 钛及钛合金—镁含量的测定—火 焰原子吸收光谱法	(1049)
CSM 06 15 13 01 - 2007 钛及钛合金—铝含量的测定—强 碱分离-EDTA 络合滴定法	(1053)
CSM 06 15 13 02 - 2007 钛及钛合金—铝含量的测定—铬 天青 S 光度法	(1058)
CSM 06 15 13 03 - 2007 钛及钛合金—铝含量的测定—火 焰原子吸收光谱法	(1061)
CSM 06 15 14 01 - 2007 钛及钛合金—硅含量的测定—1, 2,4-酸还原硅钼蓝光度法	(1064)
CSM 06 15 14 02 - 2007 钛及钛合金—硅含量的测定—抗	

坏血酸还原硅钼蓝光度法·····	(1067)
CSM 06 15 14 03 - 2007 钛及钛合金—硅含量的测定—火 焰原子吸收光谱法·····	(1070)
CSM 06 15 17 01 - 2007 钛及钛合金—氯含量的测定—硫 化银光度法·····	(1073)
CSM 06 15 23 01 - 2007 钛及钛合金—钒含量的测定—硫 酸亚铁铵滴定法·····	(1076)
CSM 06 15 23 02 - 2007 钛及钛合金—钒含量的测定—火 焰原子吸收光谱法·····	(1079)
CSM 06 15 24 01 - 2007 钛及钛合金—铬含量的测定—硫 酸亚铁铵滴定法·····	(1082)
CSM 06 15 24 02 - 2007 钛及钛合金—铬含量的测定—火 焰原子吸收光谱法(1) ·····	(1085)
CSM 06 15 24 03 - 2007 钛及钛合金—铬含量的测定—火 焰原子吸收光谱法(2) ·····	(1088)
CSM 06 15 25 01 - 2007 钛及钛合金—锰含量的测定—高 碘酸钾光度法(1) ·····	(1091)
CSM 06 15 25 02 - 2007 钛及钛合金—锰含量的测定—高 碘酸钾光度法(2) ·····	(1094)
CSM 06 15 25 03 - 2007 钛及钛合金—锰含量的测定—火 焰原子吸收光谱法·····	(1097)
CSM 06 15 26 01 - 2007 钛及钛合金—铁含量的测定—1, 10-二氮杂菲光度法(1) ·····	(1100)
CSM 06 15 26 02 - 2007 钛及钛合金—铁含量的测定—1, 10-二氮杂菲光度法(2) ·····	(1103)
CSM 06 15 28 01 - 2007 钛及钛合金—镍含量的测定—丁 二酮肟光度法·····	(1107)
CSM 06 15 39 01 - 2007 钛及钛合金—钇含量的测定—电 感耦合等离子体发射光谱法·····	(1110)
CSM 06 15 40 01 - 2007 钛及钛合金—锆含量的测定—	

EDTA 络合滴定法	(1114)
CSM 06 15 40 02 - 2007 钛及钛合金—锆含量的测定—茜 素磺酸钠光度法	(1118)
CSM 06 15 41 01 - 2007 钛及钛合金—铌含量的测定— 5-Br-PADAP 光度法	(1121)
CSM 06 15 41 02 - 2007 钛及钛合金—铌含量的测定—火 焰原子吸收光谱法	(1125)
CSM 06 15 42 01 - 2007 钛及钛合金—钼含量的测定—硫 氰酸盐光度法	(1128)
CSM 06 15 42 02 - 2007 钛及钛合金—钼含量的测定—火 焰原子吸收光谱法	(1131)
CSM 06 15 46 01 - 2007 钛及钛合金—钯含量的测定—氯 化亚锡-碘化钾光度法	(1134)
CSM 06 15 50 01 - 2007 钛及钛合金—锡含量的测定—碘 酸钾滴定法	(1137)
CSM 06 15 50 02 - 2007 钛及钛合金—锡含量的测定—火 焰原子吸收光谱法	(1140)
CSM 06 15 60 01 - 2007 钛及钛合金—钹含量的测定—X 射线荧光光谱法	(1143)
CSM 06 15 91 01 - 2007 钛及钛合金—钒和铬含量的测 定—硫酸亚铁铵滴定法	(1146)
CSM 06 15 93 01 - 2007 钛及钛合金—锰、铬、镍、铝、钼、 锡、钒、钇、铜、锆含量的测定—直流电弧-发射光谱法	(1150)
CSM 06 15 94 01 - 2007 钛及钛合金—铝、钼、铁、硅、铬、 钒、锡和锆含量的测定—电感耦合等离子体发射光 谱法	(1155)
CSM 06 16 06 01 - 2007 硬质合金—总碳含量的测定—重 量法	(1161)
CSM 06 16 06 02 - 2007 硬质合金—游离(不溶)碳含量	

的测定—重量法·····	(1166)
CSM 06 16 22 01 - 2007 硬质合金—钛含量的测定—过氧化氢光度法·····	(1171)
CSM 06 16 24 01 - 2007 硬质合金—铬含量的测定—火焰原子吸收光谱法·····	(1175)
CSM 06 16 27 01 - 2007 硬质合金—钴含量的测定—电位滴定法·····	(1179)
CSM 06 16 92 01 - 2007 硬质合金—钙、镁、钾和钠含量的测定—火焰原子吸收光谱法·····	(1183)
CSM 06 16 92 02 - 2007 硬质合金—钴、铁、锰和镍含量的测定—火焰原子吸收光谱法·····	(1189)
CSM 06 16 92 03 - 2007 硬质合金—钼、钛和钒含量的测定—火焰原子吸收光谱法·····	(1194)
CSM 06 16 92 04 - 2007 硬质合金—钴、铁、锰、钼、镍、钛和钒含量的测定—火焰原子吸收光谱法·····	(1199)
CSM 06 16 94 01 - 2007 硬质合金—铁、钴、镍、锰、铬和钒含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法·····	(1205)
CSM 06 16 94 02 - 2007 硬质合金—钨、钼、铌、钽、钛、锆和铪含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法·····	(1211)
CSM 06 16 94 03 - 2007 硬质合金—钾、钠、钙、镁含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法·····	(1218)

铌合金—锆含量的测定— EDTA 直接滴定法

1 范围

本推荐方法用 EDTA 直接滴定法测定铌合金中锆的含量。

本方法适用于铌合金中质量分数大于 1% 的锆含量的测定。

2 原理

试料以硫酸、硫酸铵溶解，以过氧化氢络合铌，用邻二氮杂菲消除铁之干扰，在硫酸酸性介质中，以二甲酚橙为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定锆。计算锆的质量分数。

3 试剂

分析中，除另有说明外，仅使用分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.1 硫酸铵

3.2 硫酸， ρ 约 1.84g/mL、1+2

3.3 过氧化氢， ρ 约 1.11g/mL

3.4 邻二氮杂菲，5g/L

称取 0.5g 邻二氮杂菲于 250ml 烧杯中，加入 10mL 水，滴加 2~3 滴盐酸使其溶解后，用水稀释至 100mL。

3.5 锆标准溶液，1.00mg/mL

称取 1.7664g 氯氧化锆 ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)，精确至 0.0001g。加入 10mL 硫酸 (1+1)，溶后移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液 1mL 含 1.00mg 锆。

3.6 EDTA 标准滴定溶液，0.01mol/L

3.6.1 配制

称取 3.72g 基准乙二胺四乙酸二钠 (EDTA)，溶于水，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.6.2 标定

移取 10.00mL 锆标准溶液 (1.00mg/mL)，置于 250mL 烧杯中，加水至 100mL，加入 4~5mL 硫酸 (1+1)，煮沸 1~2min，加入 2 滴二甲酚橙指示剂溶液 (5g/L)，以 EDTA 标准滴定溶液 (0.01mol/L) 滴定，溶液由红转变至近橘黄时加沸水 80mL，继续滴定至呈黄色为终点。

3.6.3 计算

按下式计算单位体积 EDTA 标准滴定溶液相当于锆的质量：

$$T = \frac{C \times V_z}{V_{\text{EDTA}}}$$

式中：T——单位体积 EDTA 标准滴定溶液相当于锆的质量，mg/mL；

C——锆标准溶液的浓度，mg/mL；

V_z ——锆标准溶液的体积，mL；

V_{EDTA} ——滴定消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL。

3.7 二甲酚橙指示剂溶液，5g/L

4 操作步骤

4.1 称样

称取 0.25~0.50g 试样，精确至 0.0001g。

4.2 空白试验

称取与试料同铌量的纯五氧化二铌，随同试料做空白试验。

4.3 试料分解

将试料置于 250mL 烧杯中，加入 15mL 硫酸、2g 硫酸铵，在电炉上强热溶解，冷却后，加入 3mL 过氧化氢，移入 250mL 容量瓶中，用水冲洗表面皿和杯壁并稀释至刻度，混匀。

4.4 滴定

吸取 50.00mL 试液，置于 250mL 烧杯中，加入 5mL 邻二