

化学工业标准汇编

1996

化学试剂(上)



化 学 工 业 标 准 汇 编

化 学 试 剂 (上)

1996

中 国 标 准 出 版 社

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工业标准汇编: 化学试剂 (上): 1996/中国标准出版社第二编辑室编. —北京: 中国标准出版社, 1996
. 10

ISBN 7-5066-1281-X

I. 化… II. 中… III. ①化学工业-标准-中国-汇编②
化学试剂-标准-中国-汇编 IV. TQ-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (96) 第 10239 号

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电 话: 68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 45½ 字数 1 446 千字

1997 年 1 月第一版 1997 年 1 月第一次印刷

*

印数 1—3 000 定价 96.00 元

*

标 目 293—01

出 版 说 明

化学工业是国民经济的基础工业,化工标准化是化学工业高速发展和实现现代化管理的重要手段。为了深入贯彻落实《中华人民共和国标准化法》,加强化学工业标准化工作,提高化工产品质量;为了适应不断发展的社会主义市场经济形势,推动清理整顿后的化工标准的贯彻实施;为了满足化工企业及其他行业对化工标准的迫切需要,我们组织编辑了一套《化学工业标准汇编》,将分册出版发行。

我社曾于1985年先后分册出版过一套《化学工业标准汇编》,近年来化工标准化事业发展迅速,增加了大量新制订的标准。1990~1993年化工部对现行化工标准进行清理整顿后,化工标准发生了很大的变化——对部分标准提出了修订意见,部分国家标准调整为行业标准;部分强制性标准确定为推荐性标准;部分国家标准被废止。因此,原有的汇编本已不能适应上述情况的变化。

新编的这套《化学工业标准汇编》汇集了由国家技术监督局和化学工业部批准发布的全部化工现行国家标准、行业标准和专业标准。计划以最快的速度陆续分册出版。其内容包括:化工综合(化工基础标准、通用方法标准、术语标准等),无机化工,有机化工,涂料与颜料,塑料与塑料制品,化学试剂,橡胶原材料,橡胶制品,橡胶物理和化学试验方法,染料及染料中间体,农药,化肥,食品添加剂等。

本套汇编可取代我社原拟定出版的《中国国家标准分类汇编》的化工卷。在内容方面除收入全部化工国家标准外,还收入了化工行业标准和专业标准;在编排方法上,考虑到行业特点,将关系密切的标准尽量安排在一个分册里。因而其内容更加全面充实,更便于读者查阅和使用。

本套汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位乃至技术术语不尽相同。这次汇编时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。

本册《化学工业标准汇编 化学试剂(上)1996》汇集了截止1995年12月底批准发布的全部现行化学试剂标准151项,其中:国家标准148项,部标准3项。

本汇编目录中,凡注有“*”者,均表示该标准已改为推荐性标准;注有“**”者,表示该国家标准已调整为行业标准;标准号中括号内的年代号表示在该年度确认了该项标准,但没有重新出版。

由于编者的时间和水平有限,书中不当之处,请读者批评指正。

中国标准出版社

1996年4月

目 录

化学试剂综合

GB 601—88*	化学试剂	滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备	(3)
GB 602—88*	化学试剂	杂质测定用标准溶液的制备	(24)
GB 603—88*	化学试剂	试验方法中所用制剂及制品的制备	(36)
GB 604—88*	化学试剂	酸碱指示剂 pH 变色域测定通用方法	(50)
GB 605—88*	化学试剂	色度测定通用方法	(60)
GB 606—88*	化学试剂	水分测定通用方法(卡尔·费休法)	(64)
GB 607—77*	化学试剂	水分测定法(乙酰氯法)	(71)
GB 608—88*	化学试剂	氮测定通用方法	(72)
GB 609—88*	化学试剂	总氮量测定通用方法	(77)
GB 610.1—88*	化学试剂	砷测定通用方法(砷斑法)	(79)
GB 610.2—88*	化学试剂	砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)	(81)
GB 611—88*	化学试剂	密度测定通用方法	(85)
GB 613—88*	化学试剂	比旋光度测定通用方法	(89)
GB 614—88*	化学试剂	折光率测定通用方法	(91)
GB 615—88*	化学试剂	沸程测定通用方法	(93)
GB 616—88*	化学试剂	沸点测定通用方法	(103)
GB 617—88*	化学试剂	熔点范围测定通用方法	(106)
GB 618—88*	化学试剂	结晶点测定通用方法	(110)
GB 619—88*	化学试剂	采样及验收规则	(113)
GB 2921—82*	化学试剂	气相色谱固定液的分类和命名	(116)
GB 2922—82*	化学试剂	色谱载体比表面积的测定方法	(124)
GB 3914—83*	化学试剂	阳极溶出伏安法通则	(130)
GB 9721—88*	化学试剂	分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)	(137)
GB 9722—88*	化学试剂	气相色谱法通则	(144)
GB 9723—88*	化学试剂	火焰原子吸收光谱法通则	(155)
GB 9724—88*	化学试剂	pH 值测定通则	(162)
GB 9725—88*	化学试剂	电位滴定法通则	(165)
GB 9726—88*	化学试剂	还原高锰酸钾物质测定通则	(172)
GB 9727—88*	化学试剂	磷酸盐测定通用方法	(175)
GB 9728—88*	化学试剂	硫酸盐测定通用方法	(177)
GB 9729—88*	化学试剂	氯化物测定通用方法	(179)
GB 9730—88*	化学试剂	草酸盐测定通用方法	(181)
GB 9731—88*	化学试剂	硫化物测定通用方法	(184)
GB 9732—88*	化学试剂	铵测定通用方法	(186)

注：凡注有标记(*)的标准,已改为推荐性标准。

GB 9733—88*	化学试剂	羰基化合物测定通用方法	(187)
GB 9734—88*	化学试剂	铝测定通用方法	(189)
GB 9735—88*	化学试剂	重金属测定通用方法	(191)
GB 9736—88*	化学试剂	酸度和碱度测定通用方法	(193)
GB 9737—88*	化学试剂	易碳化物质测定通则	(195)
GB 9738—88*	化学试剂	水不溶物测定通用方法	(200)
GB 9739—88*	化学试剂	铁测定通用方法	(203)
GB 9740—88*	化学试剂	蒸发残渣测定通用方法	(206)
GB 9741—88*	化学试剂	灼烧残渣测定通用方法	(209)
GB 9742—88*	化学试剂	硅酸盐测定通用方法	(212)
GB 10724—89*	化学试剂	无火焰(石墨炉)原子吸收光谱法通则	(215)
GB 10725—89*	化学试剂	电感耦合高频等离子体原子发射光谱法通则	(224)
GB 10726—89*	化学试剂	溶剂萃取-原子吸收光谱法测定金属杂质通用方法	(235)
GB 15346—94	化学试剂	包装及标志	(237)
HG 3—1168—78*	化学试剂	澄清度标准的制备及测定方法(玻璃乳浊液法)	(247)
HG 3—1416—82*	化学试剂	气相色谱固定液极性常数测试方法	(249)
HG 3—1467—82*	化学试剂	气相色谱用载体有效塔板数的测定	(251)

基 准 试 剂

GB 1253—89	工作基准试剂(容量)	氯化钠	(257)
GB 1254—90	工作基准试剂(容量)	草酸钠	(262)
GB 1255—90	工作基准试剂(容量)	无水碳酸钠	(266)
GB 1256—90	工作基准试剂(容量)	三氧化二砷	(271)
GB 1257—89	工作基准试剂(容量)	邻苯二甲酸氢钾	(275)
GB 1258—90	工作基准试剂(容量)	碘酸钾	(279)
GB 1259—89	工作基准试剂(容量)	重铬酸钾	(283)
GB 1260—90	工作基准试剂(容量)	氧化锌	(287)
GB 1261—77	基准化学试剂(容量)	无水对氨基苯磺酸	(292)
GB 6851—86	pH 基准试剂	定值通则	(295)
GB 6852—86	pH 基准试剂	氢氧化钙	(304)
GB 6853—86	pH 基准试剂	磷酸二氢钾	(307)
GB 6854—86	pH 基准试剂	磷酸氢二钠	(310)
GB 6855—86	pH 基准试剂	四草酸钾	(313)
GB 6856—86	pH 基准试剂	四硼酸钠	(316)
GB 6857—86	pH 基准试剂	苯二甲酸氢钾	(319)
GB 6858—86	pH 基准试剂	酒石酸氢钾	(322)
GB 10730—89	第一基准试剂(容量)	邻苯二甲酸氢钾	(325)
GB 10731—89	第一基准试剂(容量)	重铬酸钾	(334)
GB 10732—89	第一基准试剂(容量)	氯化钾	(343)
GB 10733—89	第一基准试剂(容量)	氯化钠	(353)
GB 10734—89	第一基准试剂(容量)	乙二胺四乙酸二钠	(363)
GB 10735—89	第一基准试剂(容量)	无水碳酸钠	(374)
GB 10736—89	工作基准试剂(容量)	氯化钾	(385)
GB 10737—89	工作基准试剂(容量)	称量电位滴定法通则	(390)
GB 10738—89	工作基准试剂(容量)	称量滴定法通则	(397)

GB 12593—90	工作基准试剂(容量)	乙二醇四乙酸二钠	(403)
GB 12594—90	工作基准试剂(容量)	溴酸钾	(408)
GB 12595—90	工作基准试剂(容量)	硝酸银	(412)
GB 12596—90	工作基准试剂(容量)	碳酸钙	(417)
GB 12597—90	工作基准试剂(容量)	苯甲酸	(422)

一般无机试剂

GB 620—93*	化学试剂	氢氟酸	(429)
GB 621—93*	化学试剂	氢溴酸	(433)
GB 622—89*	化学试剂	盐酸	(437)
GB 623—92*	化学试剂	高氯酸	(442)
GB 625—89*	化学试剂	硫酸	(447)
GB 626—89*	化学试剂	硝酸	(452)
GB 628—93*	化学试剂	硼酸	(456)
GB 629—81(84)*	化学试剂	氢氧化钠	(460)
GB 631—89*	化学试剂	氨水	(465)
GB 632—93*	化学试剂	十水合四硼酸钠(四硼酸钠)	(470)
GB/T 633—94	化学试剂	亚硝酸钠	(474)
GB 636—92*	化学试剂	硝酸钠	(478)
GB 637—88*	化学试剂	硫代硫酸钠	(484)
GB 638—88*	化学试剂	氯化亚锡	(489)
GB 639—86*	化学试剂	无水碳酸钠	(493)
GB 640—84*	化学试剂	碳酸氢钠	(497)
GB/T 641—94	化学试剂	过二硫酸钾(过硫酸钾)	(501)
GB 642—86*	化学试剂	重铬酸钾	(505)
GB 643—88*	化学试剂	高锰酸钾	(509)
GB 644—93*	化学试剂	六氰合铁(Ⅲ)酸钾(铁氰化钾)	(513)
GB/T 645—94	化学试剂	氯酸钾	(516)
GB 646—93*	化学试剂	氯化钾	(521)
GB 647—93*	化学试剂	硝酸钾	(526)
GB 648—93*	化学试剂	硫氰酸钾	(532)
GB 649—77*	化学试剂	溴化钾	(537)
GB 650—93*	化学试剂	溴酸钾	(541)
GB 651—93*	化学试剂	碘酸钾	(545)
GB 652—88*	化学试剂	氯化钡	(550)
GB/T 653—94	化学试剂	硝酸钡	(554)
GB 654—77*	化学试剂	碳酸钡	(558)
GB/T 655—94	化学试剂	过硫酸铵	(561)
GB 656—77*	化学试剂	重铬酸铵	(565)
GB 657—93*	化学试剂	四水合钼酸铵(钼酸铵)	(568)
GB 658—88*	化学试剂	氯化铵	(572)
GB 659—93*	化学试剂	硝酸铵	(578)
GB 660—92*	化学试剂	硫氰酸铵	(583)
GB 661—92*	化学试剂	六水合硫酸铁(Ⅱ)铵(硫酸亚铁铵)	(587)
GB 663—78*	化学试剂	碳酸氢铵	(591)

GB 664—93	化学试剂	七水合硫酸亚铁(硫酸亚铁)	(594)
GB 665—88	化学试剂	硫酸铜	(599)
GB 666—93	化学试剂	七水合硫酸锌(硫酸锌)	(603)
GB/T 667—1995	化学试剂	六水合硝酸锌(硝酸锌)	(607)
GB 668—78	化学试剂	硝酸钙	(611)
GB/T 669—94	化学试剂	硝酸锶	(614)
GB 670—86	化学试剂	硝酸银	(619)
GB 671—77	化学试剂	硫酸镁	(623)
GB 672—88	化学试剂	氯化镁	(626)
GB 673—84	化学试剂	三氧化二砷	(631)
GB 674—78	化学试剂	氧化铜(粉状)	(635)
GB 675—93	化学试剂	碘	(638)
GB 1263—86	化学试剂	磷酸氢二钠	(641)
GB 1264—84	化学试剂	氟化钠	(645)
GB 1265—77	化学试剂	溴化钠	(649)
GB 1266—86	化学试剂	氯化钠	(653)
GB 1267—77	化学试剂	磷酸二氢钠	(658)
GB 1268—84	化学试剂	硫氰酸钠	(661)
GB 1269—77	化学试剂	硫酸钡	(664)
GB 1270—85	化学试剂	氯化钴	(667)
GB/T 1271—94	化学试剂	二水合氟化钾(氟化钾)	(671)
GB 1272—88	化学试剂	碘化钾	(676)
GB 1273—88	化学试剂	六氰合铁(Ⅱ)酸钾(亚铁氰化钾)	(682)
GB 1274—93	化学试剂	磷酸二氢钾	(685)
GB/T 1275—94	化学试剂	十二水合硫酸铝钾(硫酸铝钾)	(689)
GB 1276—84	化学试剂	氟化铵	(693)
GB/T 1277—94	化学试剂	溴化铵	(697)
GB/T 1278—94	化学试剂	氟化氢铵	(701)
GB 1279—89	化学试剂	硫酸铁(Ⅲ)铵	(705)
GB 1280—77	化学试剂	氧化锌	(710)
GB 1281—93	化学试剂	溴	(714)

注:凡注有标记(**)的国家标准,已调整为行业标准。

化学试剂综合

化 学 试 剂

滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 601—88

Chemical reagent

代替 GB 601—77

Preparations of standard volumetric solutions

1 主题内容与适用范围

本标准规定了滴定分析（容量分析）用标准溶液的配制和标定方法。

本标准适用于制备准确浓度之溶液，应用于滴定法测定化学试剂的主体含量及杂质含量，也可供其他的化工产品标准选用。

2 引用标准

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 6682 实验室用水规格

GB 9725 化学试剂 电位滴定法通则

3 一般规定

3.1 本标准中所用的水，在没有注明其他要求时，应符合 GB 6682 中三级水的规格。

3.2 本标准中所用试剂的纯度应在分析纯以上。

3.3 工作中所用分析天平的砝码、滴定管、容量瓶及移液管均需定期校正。

3.4 本标准中标定时所用的基准试剂为容量分析工作基准试剂，制备标准溶液时所用的试剂为分析纯以上试剂。

3.5 本标准中所制备的标准溶液的浓度均指 20℃ 时的浓度。在标定和使用时，如温度有差异，应按附录 A（补充件）补正。

3.6 “标定”或“比较”标准溶液浓度时，平行试验不得少于八次，两人各作四平行，每人四平行测定结果的极差与平均值之比不得大于 0.1%。两人测定结果的差值与平均值之比不得大于 0.1%，最终取两人测定结果的平均值。浓度值取四位有效数字。

3.7 本标准中凡规定用“标定”和“比较”两种方法测定浓度时，不得略去其中任何一种，且两种方法测得的浓度值之差值与平均值之比不得大于 0.2%，最终以标定结果为准。

3.8 制备的标准溶液浓度与规定浓度之差不得超出规定浓度的 ±5%。

3.9 配制浓度等于或低于 0.02 mol/L 标准溶液时乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液除外，应于临用前将浓度高的标准溶液用煮沸并冷却的水稀释，必要时重新标定。

3.10 碘量法反应时，溶液的温度不能过高，一般在 15~20℃ 之间进行滴定。

3.11 滴定分析（容量分析）用标准溶液在常温（15~25℃）下，保存时间一般不得超过两个月。

4 标准溶液的配制与标定

4.1 氢氧化钠标准溶液

$$c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L} \quad (1 \text{ N})$$

$$c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L} \quad (0.5 \text{ N})$$

$$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L} \quad (0.1 \text{ N})$$

4.1.1 配制

称取100g氢氧化钠,溶于100mL水中,摇匀,注入聚乙烯容器中,密闭放置至溶液清亮。用塑料管虹吸下规定体积的上层清液,注入1000mL无二氧化碳的水中,摇匀。

$c(\text{NaOH})$, mol/L 氢氧化钠饱和溶液, mL

1	52
0.5	26
0.1	5

4.1.2 标定

4.1.2.1 测定方法

称取下述规定量的于105~110℃烘至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾,称准至0.0001g,溶于下述规定体积的无二氧化碳的水中,加2滴酚酞指示液(10g/L),用配制好的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色,同时作空白试验。

$c(\text{NaOH})$, mol/L 基准邻苯二甲酸氢钾, g 无二氧化碳的水, mL

1	6	80
0.5	3	80
0.1	0.6	50

4.1.2.2 计算

氢氧化钠标准溶液浓度按式(1)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2042} \quad (1)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——邻苯二甲酸氢钾之质量, g;

V_1 ——氢氧化钠溶液之用量, mL;

V_2 ——空白试验氢氧化钠溶液之用量, mL;

0.2042——与1.00mL氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的邻苯二甲酸氢钾的质量。

4.1.3 比较

4.1.3.1 测定方法

量取30.00~35.00mL下述规定浓度的盐酸标准溶液,加50mL无二氧化碳的水及2滴酚酞指示液(10g/L),用配制好的氢氧化钠溶液滴定,近终点时加热至80℃,继续滴定至溶液呈粉红色。

$c(\text{NaOH})$, mol/L $c(\text{HCl})$, mol/L

1	1
0.5	0.5
0.1	0.1

4.1.3.2 计算

氢氧化钠标准溶液浓度按式(2)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{V_1 \cdot c_1}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V_1 ——盐酸标准溶液之用量, mL;

c_1 ——盐酸标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V ——氢氧化钠溶液之用量, mL。

4.2 盐酸标准溶液

$c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L} (1 \text{ N})$

$c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L} (0.5 \text{ N})$

$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L} (0.1 \text{ N})$

4.2.1 配制

量取下述规定体积的盐酸, 注入1000mL水中, 摇匀。

$c(\text{HCl}), \text{mol/L}$	盐酸, mL
1	90
0.5	45
0.1	9

4.2.2 标定

4.2.2.1 测定方法

称取下述规定量的于270~300℃灼烧至恒重的基准无水碳酸钠, 称准至0.0001g。溶于50mL水中, 加10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液, 用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸2min, 冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时作空白试验。

$c(\text{HCl}), \text{mol/L}$	基准无水碳酸钠, g
1	1.6
0.5	0.8
0.1	0.2

4.2.2.2 计算

盐酸标准溶液浓度按式(3)计算:

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.05299} \dots\dots\dots (3)$$

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

m ——无水碳酸钠之质量, g;

V_1 ——盐酸溶液之用量, mL;

V_2 ——空白试验盐酸溶液之用量, mL;

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

4.2.3 比较

4.2.3.1 测定方法

量取30.00~35.00mL下述配制好的盐酸溶液, 加50mL无二氧化碳的水及2滴酚酞指示液(10g/L), 用下述规定浓度的氢氧化钠标准溶液滴定, 近终点时加热至80℃, 继续滴定至溶液呈粉红色。

$c(\text{HCl}), \text{mol/L}$	$c(\text{NaOH}), \text{mol/L}$
1	1
0.5	0.5
0.1	0.1

4.2.3.2 计算

盐酸标准溶液浓度按式(4)计算:

$$c(\text{HCl}) = \frac{V_1 \cdot c_1}{V} \dots\dots\dots (4)$$

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

V_1 ——氢氧化钠标准溶液之用量, mL;

c_1 ——氢氧化钠标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V ——盐酸溶液之用量, mL。

4.3 硫酸标准溶液

$$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 1 \text{ mol/L} \quad (1 \text{ N})$$

$$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.5 \text{ mol/L} \quad (0.5 \text{ N})$$

$$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.1 \text{ mol/L} \quad (0.1 \text{ N})$$

4.3.1 配制

量取下述规定体积的硫酸, 缓缓注入1000mL水中, 冷却, 摇匀。

$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$, mol/L	硫酸, mL
1	30
0.5	15
0.1	3

4.3.2 标定

4.3.2.1 测定方法

称取下述规定量的于270~300℃灼烧至恒重的基准无水碳酸钠, 称准至0.0001g。溶于50mL水中, 加10滴溴甲酚绿—甲基红混合指示液, 用配制好的硫酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸2min, 冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时作空白试验。

$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$, mol/L	基准无水碳酸钠, g
1	1.6
0.5	0.8
0.1	0.2

4.3.2.2 计算

硫酸标准溶液浓度按式(5)计算:

$$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.05299} \dots\dots\dots (5)$$

式中: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ ——硫酸标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

m ——无水碳酸钠之质量, g;

V_1 ——硫酸溶液之用量, mL;

V_2 ——空白试验硫酸溶液之用量, mL;

0.052 99 —— 与1.00 mL 硫酸标准溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的无水碳酸钠的质量。

4.3.3 比较

4.3.3.1 测定方法

量取30.00~35.00 mL下述配制好的硫酸溶液,加50 mL无二氧化碳的水及2滴酚酞指示液(10 g/L),用下述规定浓度的氢氧化钠标准溶液滴定,近终点时加热至80℃,继续滴定至溶液呈粉红色。

$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4), \text{mol/L}$	$c(\text{NaOH}), \text{mol/L}$
1	1
0.5	0.5
0.1	0.1

4.3.3.2 计算

硫酸标准溶液浓度按式(6)计算:

$$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{V_1 \cdot c_1}{V} \dots \dots \dots (6)$$

式中: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)$ —— 硫酸标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V_1 —— 氢氧化钠标准溶液之用量, mL;

c_1 —— 氢氧化钠标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V —— 硫酸溶液之用量, mL。

4.4 碳酸钠标准溶液

$$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1 \text{ mol/L} \quad (1 \text{ N})$$

$$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.1 \text{ mol/L} \quad (0.1 \text{ N})$$

4.4.1 配制

称取下述规定量的无水碳酸钠,溶于1000 mL水中,摇匀。

$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3), \text{mol/L}$	无水碳酸钠, g
1	53
0.1	5.3

4.4.2 标定

4.4.2.1 测定方法

量取30.00~35.00 mL下述配制好的碳酸钠溶液,加下述规定量的水,加10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用下述规定浓度的盐酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。

$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3), \text{mol/L}$	水, mL	$c(\text{HCl}), \text{mol/L}$
1	50	1
0.1	20	0.1

4.4.2.2 计算

碳酸钠标准溶液浓度按式(7)计算:

$$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{V_1 \cdot c_1}{V} \dots\dots\dots (7)$$

式中: $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3)$ ——碳酸钠标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V_1 ——盐酸标准溶液之用量, mL;

c_1 ——盐酸标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V ——碳酸钠溶液之用量, mL。

4.5 重铬酸钾标准溶液

$$c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1 \text{ mol/L} \quad (0.1\text{N})$$

4.5.1 配制

称取 5 g 重铬酸钾, 溶于 1000 mL 水中, 摇匀。

4.5.2 标定

4.5.2.1 测定方法

量取 30.00~35.00 mL 配制好的重铬酸钾溶液 [$c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1 \text{ mol/L}$], 置于碘量瓶中, 加 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液 (20%), 摇匀, 于暗处放置 10 min。加 150 mL 水, 用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定, 近终点时加 3 mL 淀粉指示液 (5 g/L), 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时作空白试验。

4.5.2.2 计算

重铬酸钾标准溶液浓度按式 (8) 计算:

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

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

V_1 ——硫代硫酸钠标准溶液之用量, mL;

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠标准溶液之用量, mL;

c_1 ——硫代硫酸钠标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V ——重铬酸钾溶液之用量, mL。

4.6 硫代硫酸钠标准溶液

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L} \quad (0.1\text{N})$$

4.6.1 配制

称取 26 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (或 16 g 无水硫代硫酸钠), 溶于 1000 mL 水中, 缓缓煮沸 10 min, 冷却。放置两周后过滤备用。

4.6.2 标定

4.6.2.1 测定方法

称取 0.15 g 于 120℃ 烘至恒重的基准重铬酸钾, 称准至 0.0001 g。置于碘量瓶中, 溶于 25 mL 水, 加 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液 (20%), 摇匀, 于暗处放置 10 min。加 150 mL 水, 用配制好的硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定。近终点时加 3 mL 淀粉指示液 (5 g/L), 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时作空白试验。

4.6.2.2 计算

硫代硫酸钠标准溶液浓度按式 (9) 计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.04903} \dots\dots\dots (9)$$

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

m ——重铬酸钾之质量, g;

V_1 ——硫代硫酸钠溶液之用量, mL;

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠溶液之用量, mL;

0.04903——与1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的重铬酸钾的质量。

4.6.3 比较

4.6.3.1 测定方法

准确量取30.00~35.00 mL 碘标准溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{I}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$], 置于碘量瓶中, 加150 mL 水, 用配制好的硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定, 近终点时加3 mL 淀粉指示液 (5 g/L), 继续滴定至溶液蓝色消失。

同时作水所消耗碘的空白试验: 取250 mL 水, 加0.05 mL 碘标准溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{I}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$] 及3 mL 淀粉指示液 (5 g/L), 用配制好的硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液蓝色消失。

4.6.3.2 计算

硫代硫酸钠标准溶液浓度按式 (10) 计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{(V_1 - 0.05) \cdot c_1}{V - V_2} \dots\dots\dots (10)$$

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

V_1 ——碘标准溶液之用量, mL;

c_1 ——碘标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

V ——硫代硫酸钠溶液之用量, mL;

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠溶液之用量, mL;

0.05——空白试验中加入碘标准溶液之用量, mL。

4.7 溴标准溶液

$$c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3) = 0.1 \text{ mol/L} \quad (0.1 \text{ N})$$

4.7.1 配制

称取3 g 溴酸钾及25 g 溴化钾, 溶于1000 mL 水中, 摇匀。

4.7.2 标定

4.7.2.1 测定方法

量取30.00~35.00 mL 配制好的溴溶液 [$c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$], 置于碘量瓶中, 加2 g 碘化钾及5 mL 盐酸溶液 (20%), 摇匀。于暗处放置5 min。加150 mL 水, 用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定, 近终点时加3 mL 淀粉指示液 (5 g/L), 继续滴定至溶液蓝色消失。同时作空白试验。

4.7.2.2 计算

溴标准溶液浓度按式 (11) 计算:

$$c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c_1}{V} \dots\dots\dots (11)$$

式中: $c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3)$ ——溴标准溶液之物质的量浓度, mol/L;