

中华人民共和国
ZHONGHUA RENMIN GONGHEGUO

化学工业部
HUAXUE GONGYEBU

部頒化學試剂暫行标准
BUBAN HUAXUE SHIJI ZANXING BIAOZHUN

无机化学試剂

第一册

化学工业出版社

1959年·北京

无机化学试剂第一册目录

HGB 3001-59 总则	1
一、化学试剂的分类	1
二、化学试剂质量控制项目的范围及质量指标测定方法	1
三、化学试剂产品的外形控制	2
四、关于试剂取样的规定	2
五、试剂产品的包装	3
六、试剂产品的包装标志	3
七、试剂分析中所需之试剂溶液、试纸及其他	3
八、标准当量溶液的配制及浓度的测定	8
九、杂质标准液的配制及量取	19
十、指示剂的 pH 变色域的检验方法	24
十一、比重的测定	29
十二、折光率的测定	29
十三、水分测定——卡尔·费休法	29
十四、沸点范围的测定	32
十五、熔点的测定	35
十六、凝固点的测定	36
十七、定砷器的规定	36
HGB 3002-59 盐 酸	37
HGB 3003-59 硫 酸	41
HGB 3004-59 硝 酸	46
HGB 3005-59 氢氧化钠	50
HGB 3006-59 氢氧化钾	55
HGB 3007-59 无水碳酸钠	60
HGB 3008-59 碳酸氢钠	66
HGB 3009-59 氨 水	72
HGB 3010-59 亚砷酸酐 (三氧化二砷)	76
HGB 3011-59 碘酸钾	80
HGB 3012-59 重铬酸钾	85
HGB 3013-59 硝酸银	88
HGB 3014-59 溴酸钾	92
HGB 3015-59 氯化钾	96
HGB 3016-59 氯化钠	101
HGB 3017-59 磷 酸	106
HGB 3018-59 氢氟酸	109
HGB 3019-59 高氯酸	112
HGB 3020-59 氯化铵	116
HGB 3021-59 磷酸氢二铵	120
HGB 3022-59 氯化钼	124
HGB 3023-59 氢氧化钼	128

HGB 3024-59	硫酸亚铁铵	133
HGB 3025-59	硫酸亚铁	137
HGB 3026-59	高锰酸钾	141
HGB 3027-59	钼酸铵	145
HGB 3028-59	硝酸钾	149
HGB 3029-59	硫氰化钾	154
HGB 3030-59	硫酸铜	158
HGB 3031-59	硫酸锰	162
HGB 3032-59	氯化亚锡	166
HGB 3033-59	硫代硫酸钠	170
HGB 3034-59	钽酸钠	173
HGB 3036-59	硫氰化铵	175
HGB 3037-59	过硫酸铵	178
HGB 3038-59	氟化钾	181
HGB 3052-59	碳酸铵	185
HGB 3053-59	硝酸铵	189
HGB 3054-59	硫酸铵	194
HGB 3056-59	碳酸钡	199
HGB 3057-59	硝酸钡	203
HGB 3058-59	硫酸钡	206
HGB 3059-59	硫酸钡	209
HGB 3060-59	熔融氯化钙	214
HGB 3061-59	硝酸钙	216
HGB 3062-59	氢溴酸	220
HGB 3064-59	溴化钾	224
HGB 3065-59	氯酸钾	229
HGB 3066-59	铁氰化钾	233
HGB 3067-59	过硫酸钾	236
HGB 3068-59	磷酸二氢钾	239
HGB 3069-59	硝酸钠	243
HGB 3070-59	亚硝酸钠	248
HGB 3071-59	亚硝基铁氰化钠	252
HGB 3072-59	四硼酸钠(硼砂)	254
HGB 3073-59	无砷金属锌	258
HGB 3074-59	硫酸锌	261
HGB 3045-59	结晶硫酸钠	265
HGB 3087-59	盐酸联氨	269
HGB 3088-59	硫酸联氨	272

中华人民共和国	部 頒 暫 行 標 准 BUBAN ZANXING BIAOZHUN	HGB 3001-59
化 学 工 业 部	化 学 試 剂 总 則	第 30 組

一、化学試剂的分类

化学試剂是一种純度比較高的化学制品。根据其用途，分成下列級別：

- 一級品——純度最高，适用于精密分析工作和科学研究工作；
- 二級品——純度較一級品略差，适用于重要分析工作；
- 三級品——純度較二級品相差較多，适用于工矿学校一般分析工作。

基准試剂含量的質量指标应为 99.9—100.1%，其含量应注明实际分析結果，杂质項目的質量指标与一級品相同。

二、化学試剂質量控制項目的范围及質量指标測定方法

1. 質量指标 化学試剂的質量指标主要包括（1）含量、（2）物理性質及化学性質、（3）杂质項目，故在一般情況下，均应符合标准。但考虑到在生产中由于原料所含的杂质及生产条件（包括操作方法和使用器材）可能混入其他杂质，各厂应根据用户对質量的要求，具体制訂該項杂质的質量指标作为厂內控制标准，进行出厂檢驗。

2. 測定方法 化学試剂标准及測定方法之間具有整体性，凡符合本标准的試剂，其出厂檢驗与驗收，均需采用本标准的測定方法，不应対檢驗方法有所变更或修改。如各厂在具体生产过程中对質量控制或对产品質量檢驗方法有所改进或变更，拟采用新办法时，須經過与本标准檢驗方法相对比，而証实其正确性时，方可采用。但产品发生質量問題，須加仲裁时，以本标准檢驗方法为唯一根据。

在进行試剂分析时（包括配制标准液），必須将所用仪器，包括重量、容量、溫度、气压等加以校正。

标准內試剂分子量根据 1953 年国际原子量。

北京市化工局提出

1959 年 4 月 16 日批准試行

三、化学试剂产品的外形控制

在进行试剂杂质项目“不溶物”测定时，除按标准所规定的指标测定不溶物含量外，对一、二级品还应控制澄清度。

固体产品的颗粒大小应接近一致，色泽应纯正一致。液体产品应透明，无机械杂质。

四、关于试剂取样的规定

1. 一般规定

取样工作应由检验部门进行。取样所用的器具一定要清洁干燥。取样后应在产品容器上贴以明显标志。标志应注明产品名称、数量、批次、取样时间、取样人、样品编号。以相同的标志贴于样品瓶上。所取样品量本文不作规定，根据具体产品在该产品试剂规格中规定之。留样量以包装单位计，但其总量不少于具体品种的三次分析需要量。留样时间，一般产品为六个月，经常生产产品为三个月。

2. 取样方法

(1) 固体产品：以相同质量的原料按同一操作方法，在相同条件下生产出的干燥产品作为一批。每批产品取样的个数，应根据产品结晶条件决定之：

a. 用搅拌方法结晶的产品，每批产品可取样一个；

b. 用自然结晶法生产的产品，每批产品应根据产品的性质、操作规程以及生产的条件、原料的情况，每批多取几个样品，其个数由上述具体情况决定之。所取样品中至少有一个样品进行全面检验，其余样品可根据具体情况，进行重点项目检验。若在某一一批所取样品中，有一个样品有一项不合格时，则整批产品应认为不合格。

凡用升华法或沉淀法生产的产品，也须按本项规定取样和检验。

(2) 液体产品：以相同质量的原料按同一操作方法，在相同条件下生产出的产品为一批，每批中每个容器取样品一个，在这些样品中至少有一个进行全面检验，其余样品可根据具体条件进行重点项目检验。取样时将每一容器产品混匀。

五、試剂产品的包装

根据产品性质不同，规定下列类型的包装形式：

1. 磨塞小口白瓶；
2. 磨塞小口棕色瓶；
3. 螺絲口、塑料盖、小口棕色瓶；
4. 螺絲口、塑料盖、小口白瓶；
5. 白色安瓶；
6. 黑色安瓶；
7. 磨塞大口白瓶；
8. 磨塞大口棕色瓶；
9. 螺絲口、塑料盖、大口棕色瓶；
10. 螺絲口、塑料盖、大口白色瓶；

包装单位（即包装产品净重）分三类：

第一类——1g, 5g, 10g, 25g；

第二类——25g, 50g, 250g, 500g；

第三类——500g, 1000g, 5000g, 10000g。

以上为一般产品包装规定，特殊者在該产品試剂规格中另作规定。

六、試剂产品的包装标志

每单位出售产品，容器外应贴有标签。标签上分别注明：

产品名称、出厂编号、等級、包装重量、分子式、分子量、生产厂名。三級品以上产品，应附有质量标准表及該产品的試剂规格编号。

危险性产品，应标志易燃，毒性，腐蝕，氧化等紅色字样。对易潮解，氧化，分解等产品，应說明儲存办法。

七、試剂分析中所需之試剂溶液、試紙及其他

1. 关于所采用試剂的純度的規定及說明 在試剂的分析工作中，須采用“二級”以上的各种試剂。如果有些有机試剂或个别无机試

剂，目前在國內尚无“二級”以上者，則可使用其他等級的試剂代替。所采用的試剂中的杂质，須不干扰測定中的主要反应，同时不影响測定結果，或对測定結果虽有些影响，但做空白試驗即可予以校正；否則須將所采用的純度較低的試剂預先精制。

关于水的規定 在本試剂标准的“測定方法”項下，凡是“水”字（冷却用水除外）均系指具有一定純度、能滿足試剂分析要求的蒸餾水。凡是沒写明稀釋剂的冲稀操作，或沒写明洗滌液的洗滌操作，均須用蒸餾水进行之。

2. 試剂浓度的表示法 在本試剂规格中，有下列各种表示形式。

(1) 比重：各种稀酸多用比重表示，系指 $20^{\circ}/4^{\circ}\text{C}$ 之比重（按下面第 3 条制备）。

(2) 百分比：苛性碱溶液、稀氨水及其他各种試剂溶液，均用百分比表示浓度，系指溶质重量与溶液重量之比。制备 $x\%$ 某試剂溶液时，是将 x 克的某試剂用 $(100-x)$ 毫升水溶解。

(3) 当量浓度 (N)：浓度在 $1N$ 以下的各种稀酸，其制备方法可参考第八項（第 8 頁）。

(4) $(1:x)$ ：用以表示稀酸或稀釋的液体試剂的浓度，系由 1 体积原规格之試剂加 x 体积水冲稀而成。

(5) 只写試剂名称：即符合原规格之試剂，如“硫酸”即指浓硫酸而言，其 H_2SO_4 含量为 94—96%。

(6) 只写試剂溶液名称：此等試剂溶液或加有其他輔助試剂，或由特定方法制备而成，須按下面第 3 条的規定方法制备。

3. 試剂溶液、試紙及不含 CO_2 的水的制备

(1) 不含 CO_2 的水：將水放于硬質玻璃制成的燒瓶中，沸騰半小时，立即用裝有氯化鈣和碱石灰的洗气瓶連好的单孔塞盖紧，冷至所需溫度即得。

(2) 盐酸比重 1.12：取 100ml 盐酸，加 60ml 水冲稀之。

(3) 硫酸比重 1.11：將 110ml 硫酸小心地加于 1l 水中。

(4) 硝酸比重 1.15：取 100ml 硝酸，加 200ml 水冲稀之。

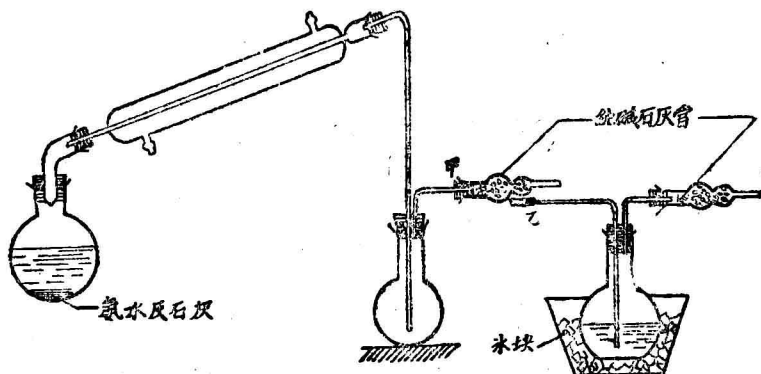
(5) 醋酸比重 1.04：取 100ml 醋酸，加 225ml 水冲稀之。

化 学 試 剂 总 則

HGB 3001-59

(6) 10%氨水：取100ml 氨水，加 145ml 水冲稀之。

(7) 不含碳酸盐的氨水：取 500ml 氨水，注于 1l 的圆底烧瓶中，加预先消化的生石灰 10g 所得之石灰浆，并混匀。将烧瓶与冷凝器等连接好(如图所示)。静置 18—20 小时。



将氨气出口(甲)用橡胶管(乙)与装有 300—400ml 不含 CO_2 的水的烧瓶连好，其外部用冰冷却。然后将氨水和石灰的混合液用水浴加热，使氨蒸出，直至制得的氨水的比重($20^\circ/4^\circ\text{C}$)达 0.904 为止。

(8) 不含 NH_3 的氢氧化钠溶液：将所需浓度的氢氧化钠溶液注于烧瓶中，在瓶上记好其容积，然后沸腾半小时，用连有装好硫酸(比重 1.11)的双球管的单孔塞盖好烧瓶，冷至室温后加水冲稀至原容积。

(9) 溴水：即溴的饱和水溶液。须避光保存于磨口严密的玻璃瓶中。

(10) 硫化氢水：即硫化氢的饱和水溶液。须使用新制备的。

(11) 靛蓝溶液：取 5g 靛蓝，称准至 0.01g，加 20ml 硫酸，水浴加热并搅拌使之完全溶解。冷后将所得溶液注于 150ml 水中，并冲稀至 200ml —— 溶液甲(1:40)。

取 4.0ml 溶液甲，冲稀至 100ml —— 溶液乙(1:1000)

取 0.80ml 溶液甲，冲稀至 100ml —— 溶液丙(1:5000)

【注】溶液甲可保存 1 年；溶液乙可保存 6 个月；溶液丙须使用新制备的。

(12) 葛利斯试剂：取 0.1g 1-萘胺，称准至 0.01g，加 100ml 水，沸騰 15 分钟使其溶解。冷却后加 5ml 醋酸酸化，并加 100ml 1% 无水对氨基苯磺酸溶液，混匀。須避光保存于磨口严密的玻璃瓶中。

此试剂溶液允許有淡粉色，但将此溶液 1:40 稀释后不得仍有可以看到的粉色，否則須将此试剂溶液与鋅粉混和并搖动之，令其褪色。使用前用吸管吸出澄清透明的溶液。

(13) 納氏试剂：取 6g 氯化汞，称准至 0.01g，放于瓷皿中，用 50ml 80°C 的热水溶解之。在搅拌下于溶液中加入 7.4g 碘化鉀溶于 50ml 水的溶液，放冷后傾去上层液体，将沉淀用傾泻法洗滌 3 次，每次用 20ml 冷水。于洗过的沉淀中加入 5g 碘化鉀和少量的水，充分搅拌至沉淀不再溶解为止（这时仅有少許沉淀未溶解）。再加 20g 氢氧化鈉溶于 50ml 水的溶液，冷后冲稀至 100ml，并放置澄清之。傾出澄清后的溶液，保存于棕色带橡胶塞的瓶中。該溶液須按下列方法检查对氨的灵敏度：取 0.005mg 氨，冲稀至 100ml，加 2ml 納氏试剂，其顏色必須深于空白。

(14) 氯化亚錫溶液：取 10g 氯化亚錫， $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 称准至 0.01g，用 10ml 盐酸溶解，然后加水冲稀至 100ml。

(15) 硫酸亚鉄溶液：称 5g 硫酸亚鉄 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ，称准至 0.01g 用 90ml 水溶解，加 10ml 硫酸。

(16) 硫酸錳混合液：取 67g 硫酸錳， $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，称准至 0.01g，用 500—600ml 水溶解，加 138ml 磷酸和 130ml 硫酸，并加水冲稀至 1l。

(17) 氯化鈉溶液：取 0.5g 氯化鈉，称准至 0.01g，用 200ml 水溶解之。

(18) 硫酸和硝酸的混合液：将 3ml 硫酸加于 100ml 硝酸（比重 1.15）中。

(19) 鉬酸鉍溶液：将 50g 硫酸鉍称准至 0.01g，溶于 450ml 硝酸中。然后在不停搅拌下，将 150g 鉬酸鉍 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ，称准至 0.01g 溶于 400ml 水的溶液以細流注于硫酸鉍溶液中。冷后冲稀至 1l，混匀后靜置 3—4 日，过滤即得。

化 学 試 剂 总 則

HGB 3001-59

(20) 磷試剂 (即“磷酸根試剂”之简称) 甲: 取 5g 鉬酸鉍 (称准至 0.01g) 用 100ml 水溶解之。

磷試剂乙: 将 0.2g (称准至 0.01g) 对一甲基氨基酚硫酸盐溶于 100ml 水中, 加 20g 亚硫酸氢鈉, 所得溶液保存于棕色磨口严密的瓶中。配成后的两星期內有效。

(21) 亚鉛酸鈉溶液: 于 10% 醋酸鉛溶液中加入 10% 氢氧化鈉溶液, 直至初生的沉淀完全溶解为止。

(22) 二硫酚溶液 (4—甲基—1,2—二硫酚溶液): 称 0.2g 二硫酚, 称准至 0.01g, 加 0.5ml 硫代乙醇酸, 并用 100ml 1% 氢氧化鈉溶液溶解之。所得溶液須避光保存, 配成后的两星期內有效。

(23) 紫脲酸鉍溶液: 称取 50mg 紫脲酸鉍, 用 40ml 水和 1ml 1N 氢氧化鈉溶解, 再加水冲稀至 100ml。此溶液必須使用新制备的。

(24) 乙二胺四醋酸鎂溶液: 取 25ml 0.02M 氯化鎂溶液, 加 100ml 水和 10ml 緩冲溶液 (pH=10, 由 1 体积 1.0M 氯化鉍和 5 体积 1.0M 氢氧化鉍混合而成), 用 0.02M 乙二胺四醋酸二鈉滴定至終点前約 1ml 时, 加 0.1ml 鉻黑 T, 并繼續滴定至溶液由蓝紫色变为純蓝色。

(25) 2.5% 氨水: 将 10ml 氨水冲稀至 100ml。

(26) 溴化汞試紙: 将无灰滤紙放在 1.25g 溴化汞溶于 25ml 乙醇的溶液中浸泡 1 小时, 取出晾干后, 剪成适当宽度的紙条。須保存于棕色瓶中, 盖紧瓶口。

(27) 醋酸鉛試紙: 将致密的滤紙用 5% 醋酸鉛溶液浸透, 取出干燥后, 再同样地浸透并干燥之, 然后剪成适当宽度的紙条, 保存于紧閉的瓶中。

(28) 淀粉-碘化鉀試紙: 取 100ml 新制备的淀粉溶液, 加 0.2g 碘化鉀。将滤紙于所得溶液中浸透, 取出晾干, 并保存于紧閉的棕色瓶中。

(29) 品紅亚硫酸溶液: 在約 1.5l 磨口的玻璃瓶內, 置 150ml 新配制的品紅溶液 (1g 碱性品紅溶于 1l 水中) 及 100ml 新配制的 (二級) 酸性亚硫酸鈉溶液 (在 54g 碳酸氢鈉內加 134ml 水, 通入

二氧化硫至碳酸氢钠溶解，并停止放出二氧化碳为止）。小心混匀，加入 1 l 水及 15 ml 硫酸（一级），再混匀，静置 10—12 小时，直至完全无色为止。

(30) 吡啶酮溶液：称 6 mg 硫酸铁溶于 8 ml 水中，小心加入 50 ml 硫酸，然后再加 6 mg 吡啶酮，搅拌直至溶解。所得溶液应为灰黄色，不是橙色或红色。

(31) 费林溶液：①称 34.65 g 结晶硫酸铜，溶于水中加水至 500 ml。②称 173 g 酒石酸钾钠和 50 g 氢氧化钠溶于水中，加水至 500 ml，使用时将两种溶液等量混和。

4. 指示剂溶液

(1) 甲基橙：0.10 g 甲基橙溶于 100 ml 水中。

(2) 甲基红：0.10 g 甲基红溶于 100 ml 乙醇中。

(3) 酚酞：1.0 g 酚酞溶于 100 ml 乙醇中。

(4) 百里香酚酞（麝香草酚酞）：0.10 g 百里香酚酞溶于 100 ml 乙醇中。

(5) 铬黑 T：0.50 g 铬黑 T 和 2.0 g 盐酸羟胺溶于 100 ml 乙醇中。

(6) 百里香酚蓝（麝香草酚蓝）：0.10 g 百里香酚蓝溶于 100 ml 乙醇中。

(7) 溴百里香酚蓝（溴麝香草酚蓝）：0.10 g 溴百里香酚蓝溶于 50 ml 乙醇和 50 ml 水的混合液中。

(8) 淀粉：将 1.0 g 淀粉和 10 ml 冷水混合研匀，然后在搅拌下注于 200 ml 沸水中，再煮沸 2—3 分钟，静置后取上层澄清液使用。

(9) 荧光红溶液：0.50 g 荧光红溶于 100 ml 乙醇中。

八、标准当量溶液的配制及浓度的测定

凡是规定用“标定”和“比较”两种方法测定浓度的标准当量溶液，不得略去其中的任一种方法的测定。且两种方法测得的浓度值之差，按相对误差计不得大于 0.2 %。二者之平均值定为该溶液的浓度值。

化 学 試 剂 总 則

HGB 3001-59

酸 溶 液

1. 溶液的配制

1 N 硫酸：取 30ml 硫酸慢慢加于 1000ml 水中，冷至室温并混匀。

0.5N 硫酸：取 15ml 硫酸慢慢加于 1000ml 水中，冷至室温并混匀。

0.1N 硫酸：取 3 ml 硫酸加于 1000ml 水中，混匀。

1 N 盐酸：取 90ml 盐酸加于 920ml 水中，混匀。

0.5N 盐酸：取 45ml 盐酸加于 1000ml 水中，混匀。

0.1N 盐酸：取 10ml 盐酸加于 1000ml 水中，混匀。

2. 浓度的测定

(1) 标定

a. 试剂：取基准试剂无水碳酸钠于 270—300°C 灼烧至恒重，于干燥器中冷却后立即称取之。

靛蓝二磺酸钠—甲基橙指示剂：取 5 ml 1 % 靛蓝二磺酸钠水溶液与 5 ml 0.25 % 甲基橙水溶液混合备用。

b. 测定方法：

0.1N 酸液：称取无水碳酸钠约 0.2g，称准至 0.0002g，溶于 20ml 水中，加入 0.2ml 靛蓝二磺酸钠—甲基橙指示剂，以 0.1 N 酸液滴定，至溶液由蓝绿色变为灰紫色。

1 N 酸液：称取约 2 g 无水碳酸钠，称准至 0.0002g，溶于 50ml 水中，以甲基橙为指示剂用 1 N 酸液滴定至溶液由黄变橙，加热煮沸 2—3 分钟，冷却至室温，继续以酸液滴至溶液变为橙色。

0.5N 酸液：称取约 1 g 无水碳酸钠，称准至 0.0002 g，溶于 25ml 水中，以甲基橙为指示剂，用 0.5N 酸液滴至溶液由黄色变为橙色，加热煮沸 2—3 分钟，冷却至室温，继续以酸液滴至溶液变为橙色。

c. 计算：

$$\text{酸液的克当量浓度} = \frac{\text{无水碳酸钠克数}}{\text{消耗酸液的毫升数} \times 0.05300}$$

式中 0.05300 是每毫克当量 Na_2CO_3 之克数。

(2) 比較

a 測定方法：准确量取酸液（ $1N, 0.5N, 0.1N$ ）約 35 ml，加入 50ml 不含 CO_2 的水和 3 滴酚酞（1% 乙醇液），用与酸液浓度接近的氢氧化鈉溶液（ $1N, 0.5N, 0.1N$ ）滴至溶液显淡粉色。

b 計算：

酸液的克当量浓度 =

$$\frac{\text{氢氧化鈉的克当量浓度} \times \text{消耗氢氧化鈉的毫升数}}{\text{酸液的毫升数}}$$

氢氧化鈉溶液

1. 溶液的配制 先将氢氧化鈉配成饱和溶液，于内壁敷有石蜡的玻璃瓶中密封靜置一月，使碳酸鈉完全析出，然后取用上层溶液。

$1N$ 氢氧化鈉：取 52ml 饱和氢氧化鈉溶液，用 1000ml 不含 CO_2 的水冲稀之。

$0.5N$ 氢氧化鈉：取 26 ml 饱和氢氧化鈉溶液，用 1000ml 不含 CO_2 的水冲稀之。

$0.1N$ 氢氧化鈉：取 5 ml 饱和氢氧化鈉溶液，用 1000ml 不含 CO_2 的水冲稀之。

2. 浓度的測定

(1) 标定：

a. 試剂：取基准試剂邻苯二甲酸氢鉀于 $120^\circ C$ 烘至恒重；邻甲苯酚酞 0.1% 乙醇溶液。

b. 測定方法：

$1N$ 氢氧化鈉：称取約 6 g 邻苯二甲酸氢鉀，称准至 0.0002g 溶于 80ml 不含 CO_2 的水中，加約 0.1 ml 邻甲苯酚酞，以 $1N$ 氢氧化鈉滴至溶液变为玫瑰紅色。

$0.5N$ 氢氧化鈉：称取約 3.5g 邻苯二甲酸氢鉀，称准至 0.0002g 溶于 80ml 不含 CO_2 的水中，加約 0.1 ml 邻甲苯酚酞，以 $0.5N$ 氢氧化鈉滴至溶液变为玫瑰紅色。

$0.1N$ 氢氧化鈉：称取約 0.7g 邻苯二甲酸氢鉀，称准至 0.0002g，溶于 80ml 不含 CO_2 的热水中，加約 0.1ml 邻甲苯酚酞保持 $50-60^\circ C$ 并用 $0.1N$ 氢氧化鈉滴至溶液变为玫瑰紅色。

化 学 試 剂 总 則

HGB 3001-59

c. 計算:

$$\text{氫氧化鈉的克當量濃度} = \frac{\text{邻苯二甲酸氫鉀的克數}}{\text{消耗氫氧化鈉的毫升數} \times 0.2042}$$

式中 0.2042 是每毫克當量 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 之克數。

(2) 比較:

a. 測定方法——全同于酸液濃度的測定項下的酸鹼液比較方法。

b. 計算:

$$\text{氫氧化鈉的克當量濃度} = \frac{\text{酸液的毫升數} \times \text{酸的克當量濃度}}{\text{消耗氫氧化鈉的毫升數}}$$

碳酸鈉溶液

1. 溶液的配制

0.1N 碳酸鈉: 称取 5.3g 无水碳酸鈉溶于 1000 ml 水中, 混勻。

1N 碳酸鈉: 称取 53g 无水碳酸鈉溶于 1000 ml 水中, 混勻。

2. 濃度的測定

(1) 測定方法:

0.1N 碳酸鈉: 准确量取約 35ml 0.1N 碳酸鈉液, 加入 0.2ml 靛藍二磺酸鈉—甲基橙溶液 (与标定酸使用者同), 以 0.1N 酸液滴至溶液由藍綠色变为灰紫色。

1N 碳酸鈉: 准确量取約 35ml 1N 碳酸鈉, 用 20ml 水冲稀, 以甲基橙为指示剂, 用 1N 盐酸或硫酸滴至溶液变为橙色, 煮沸 2—3 分钟, 冷至室温, 繼續滴定至溶液再变为橙色。

(2) 計算:

$$\text{碳酸鈉的克當量濃度} = \frac{\text{酸液的克當量濃度} \times \text{消耗酸液的毫升數}}{\text{碳酸鈉的毫升數}}$$

硫代硫酸鈉溶液

1. 溶液的配制

0.1N 硫代硫酸鈉: 称取 26g 硫代硫酸鈉 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶于 1000ml 水中, 加热煮沸, 緩和沸騰 10 分钟后冷却。溶液須保存于棕色磨口瓶中。

2. 浓度的测定

(1) 标定:

a. 试剂: 取基准试剂重铬酸钾, 于 $140^{\circ}\text{--}150^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重。碘化钾, 不含游离碘和碘酸盐。

b. 测定方法: 称取重铬酸钾约 0.2g , 称准至 0.0002g , 溶于 25ml 新煮沸过并冷却的水中, 加入碘化钾 2g 和 20ml 硫酸, (比重 1.11) 混匀, 于暗处放置 10 分钟后, 加入 250ml 水冲稀之, 用 $0.1N$ 硫代硫酸钠滴定至溶液变为黄绿色, 加入 3ml 淀粉, 再继续滴至蓝色退去呈亮蓝绿色止。

c. 计算:

$$\text{硫代硫酸钠的克当量浓度} = \frac{\text{重铬酸钾克数}}{\text{消耗硫代硫酸钠的毫升数} \times 0.04904}$$

式中 0.04904 是每毫克当量 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 之克数。

(2) 比较:

a. 测定方法: 准确量取 $30\text{--}35\text{ml}$ $0.1N$ 碘液, 加 100ml 水, 用 $0.1N$ 硫代硫酸钠, 滴至溶液呈淡黄色, 加入 3ml 淀粉, 再继续滴至无色。

b. 计算:

$$\text{硫代硫酸钠的克当量浓度} = \frac{\text{碘液的克当量浓度} \times \text{碘液的毫升数}}{\text{消耗硫代硫酸钠的毫升数}}$$

碘 液

1. 溶液的配制

$0.1N$ 碘液: 称取 13g 碘片和 35g 碘化钾, 溶于 100ml 水中, 加 900ml 水冲稀, 再加 3 滴盐酸, 混匀。此溶液须保存于棕色磨口瓶中。

2. 浓度的测定

(1) 标定:

a. 试剂: 取基准试剂三氧化二砷, 于硫酸干燥器中, 放置 24 小时备用。

b. 测定方法: 称取约 0.2g 三氧化二砷, 称准至 0.0002g , 温热溶于 25ml 水和 5ml $1N$ 氢氧化钠中, 冷却后, 加一滴酚酞, 并用

化 学 試 剂 总 則

HGB 3001-59

1 *N* 硫酸中和之，然后加入 40ml 飽和碳酸氢鈉溶液及 3 ml 淀粉，以 0.1 碘液滴至微蓝色为止。

c. 計算：

$$\text{碘液的克当量浓度} = \frac{\text{三氧化二砷的克数}}{\text{消耗碘液的毫升数} \times 0.04946}$$

式中 0.04946 是每毫克当量 As_2O_3 的克数。

(2) 比較；

a. 方法——全同于硫代硫酸鈉溶液浓度的測定項下之碘液与硫代硫酸鈉溶液的比較方法。

b. 計算：

碘液的克当量浓度 =

$$\frac{\text{硫代硫酸鈉的克当量浓度} \times \text{硫代硫酸鈉的毫升数}}{\text{碘液的毫升数}}$$

高錳酸鉀溶液

1. 溶液的配制

0.1*N* 高錳酸鉀：称取高錳酸鉀 3.3g，溶于 1050ml 水中，加热煮沸，緩和沸騰 20—30 分钟，冷后盖紧瓶塞并于暗处靜置数日，将溶液傾出并用石棉滤埙或玻璃滤埙过滤，滤液須保存于棕色磨口瓶中。

2. 浓度的測定

(1) 标定：

a. 試剂：基准試剂草酸鈉，于 110°C 烘至恒重。

b. 測定方法：称取約 0.25 g 草酸鈉，称准至 0.0002g，溶于 50 ml 水中，加入 8 ml 硫酸，加热至 65—75°C 并保持之，以 0.1*N* 高錳酸鉀滴至粉色能保持 30 秒为止。（須做空白較正高錳酸鉀液的用量）

c. 計算：

$$\text{高錳酸鉀溶液的克当量浓度} = \frac{\text{草酸鈉的克数}}{\text{消耗高錳酸鉀的毫升数} \times 0.06701}$$

式中 0.06701 是每毫克当量 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 之克数。

(2) 比較：

a. 方法：准确量取 30—35ml 0.1*N* 高錳酸鉀，加 100ml 水、2 g

碘化鉀和20ml 硫酸(比重1.11), 搖动至碘化鉀溶解后, 以0.1N 硫代硫酸鈉滴至淡黃色, 加約 3 ml 淀粉再繼續滴定至无色。

b. 計算:

高錳酸鉀的克当量浓度 =

$$\frac{\text{硫代硫酸鈉的克当量浓度} \times \text{硫代硫酸鈉的毫升数}}{\text{高錳酸鉀的毫升数}}$$

硝酸銀溶液

1. 溶液的配制

0.1N 硝酸銀: 称取 17.5g 硝酸銀, 溶于 1000ml 无氯根水中, 搖勻。

2. 浓度的測定

(1) 标定:

a. 試剂: 基准試剂氯化鈉, 于 500°—600 °C 的高温炉內灼烧至恒重, 于干燥器中冷却后, 立即称取。

0.5% 淀粉溶液, 不含氯化物。

b. 測定方法: 称取約 0.2g 氯化鈉, 称准至 0.0002g, 溶于 70ml 水中, 加入 10ml 淀粉和 3 滴螢光紅溶液, 在不停搖动下用 0.1N 硝酸銀滴至混浊液突变为粉紅色为止。

c. 計算:

$$\text{硝酸銀的克当量浓度} = \frac{\text{氯化鈉的克数}}{\text{硝酸銀的毫升数} \times 0.05845}$$

式中 0.05845 是每毫克当量 NaCl 之克数

(2) 比較:

a. 方法: 准确量取 30—35ml 0.1N 硝酸銀, 用 70ml 水稀释, 加 1 ml 鉄鉍矾饱和溶液和 5 ml 硝酸, 在不停搖动下以 0.1N 硫氰化鈉滴定, 至淡棕紅色能保持 30 秒为止。

b. 計算:

硝酸銀的克当量浓度 =

$$\frac{\text{硫氰化鈉的克当量浓度} \times \text{硫氰化鈉的毫升数}}{\text{硝酸銀的毫升数}}$$