

ICS 71.060.01;71.060.99

G 10

备案号:34581—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

94464

HG/T 3696.1—2011

代替 HG/T 3696.1 2002

无机化工产品

化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

Inorganic chemicals for industrial use

Preparations of standard and reagent solutions for chemical analysis

Part 1: Preparations of standard volumetric solutions

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 一般规定	1
4 警告	1
5 标准滴定溶液的配制与标定	1
5.1 氢氧化钠标准滴定溶液	1
5.2 盐酸标准滴定溶液	2
5.3 硫酸标准滴定溶液	3
5.4 碳酸钠标准滴定溶液	3
5.5 重铬酸钾标准滴定溶液	4
5.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液	4
5.7 溴标准滴定溶液	5
5.8 溴酸钾标准滴定溶液	6
5.9 碘标准滴定溶液	6
5.10 碘酸钾标准滴定溶液	7
5.11 草酸标准滴定溶液	8
5.12 高锰酸钾标准滴定溶液	8
5.13 硫酸亚铁铵标准滴定溶液	9
5.14 硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液	10
5.15 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液	11
5.16 氯化锌标准滴定溶液	12
5.17 氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液	12
5.18 硝酸铅标准滴定溶液	12
5.19 硫酸铜标准滴定溶液	13
5.20 硝酸银标准滴定溶液	13
5.21 氯化钠标准滴定溶液	14
5.22 硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液	14
5.23 亚硝酸钠标准滴定溶液	15
5.24 高氯酸标准滴定溶液	16
5.25 硝酸汞标准滴定溶液	17
5.26 草酸钠标准滴定溶液	18
附录 A(规范性附录)不同温度下标准滴定溶液的体积的补正值	19
附录 B(资料性附录)电位滴定终点的确定方法及数据记录示例	20
附录 C(资料性附录)含汞废液的处理方法	21

前 言

HG/T 3696《无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备》分为 3 个部分：

——第 1 部分：标准滴定溶液的制备；

——第 2 部分：杂质标准溶液的制备；

——第 3 部分：制剂及制品的制备。

本部分为 HG/T 3696 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 HG/T 3696.1—2002《无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备》，本部分与 HG/T 3696.1—2002 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——修改了标准名称，修改为“无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备”（见封面）；

——删除了原标准中 3.2 条，将原 3.4 条修改为 3.2 条，并包括了原 3.2 条内容（见 3.2，2002 年版的 3.2 和 3.4）；

——修改了原标准 3.3 条中“移液管”为“单标线吸量管”（见 3.3，2002 年版的 3.3）；

——修改了原标准中 3.5 条，修改为“本部分中所制备的标准滴定溶液的浓度除高氯酸外均指 20℃时的浓度。在标定和使用时，如温度有差异，应按附录 A 进行补正”（见 3.4，2002 年版的 3.5）；

——修改了原标准中 3.10 条，增加了“超过两个月的标准滴定溶液应重新标定；当溶液出现浑浊、沉淀、颜色变化等现象时应重新制备”的要求（见 3.8，2002 年版的 3.10）；

——增加了 3.10 条对滴定速度的要求，6 mL/min～8 mL/min（见 3.10）；

——增加了“4 警告”一章（见 4）；

修改了原标准中 4.15.2.1.2 条 0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的标定方法（见 5.15.2.1.1，2002 年版的 4.15.2.1.2）；

——增加了高氯酸标准滴定溶液“修正方法”（见 5.24.3）；

——删除了原标准的附录 A 和附录 C，将标准编写成方法一和方法二（见 5.5.2、5.6.2.2、5.9.2.2、5.10.2、5.12.2.2、5.14.2.2、5.21.2 和 5.22.2.2）；

——修改了附录的编排顺序（见附录 A、B 和 C）。

本部分修订参考 ASTM E 200-08《化学分析用标准溶液和制剂溶液的配制、标定和贮存》中标准滴定溶液制备的有关内容。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会无机化工分会（SAC/TC63/SC1）归口。

本部分起草单位：中海油天津化工研究设计院、天津出入境检验检疫局、汇泰投资集团有限公司、中科铜都粉体新材料股份有限公司、广东省汕头市质量计量监督检测所、四川省危险化学品质量监督检验所。

本部分主要起草人：赵美敬、刘绍从、孔令泉、姚学慧、刘莉、李肖锋。

无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备

第1部分：标准滴定溶液的制备

1 范围

本部分规定了无机化工产品化学分析容量法用的主要标准滴定溶液的配制和标定方法。

本部分适用于容量法测定无机化工产品的主含量及杂质含量用的准确浓度的标准滴定溶液的制备,也可供其他化工产品的化学分析选用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3696.3—2011 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 一般规定

3.1 本部分中所用的水,在没有注明其他要求时,应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的规格。

3.2 本部分中标定时所用的基准试剂为容量分析工作基准试剂,其他所用的试剂均为分析纯以上试剂。

3.3 工作中所用分析天平、砝码、滴定管、容量瓶及单标线吸量管等均需定期校正。

3.4 本部分中所制备的标准滴定溶液的浓度除高氯酸外均指 20℃时的浓度。在标定和使用时,如温度有差异,应按附录 A 进行补正。

3.5 标定标准滴定溶液浓度时,需由两人同时作三平行。每人三平行测定数据的极差与平均值之比不得大于 0.2%,两人测定结果之差与两人测定结果平均值之比不得大于 0.2%。结果取平均值,浓度值取四位有效数字。

3.6 制备标准滴定溶液的浓度值应在规定浓度值的±5%范围以内。

3.7 配制浓度等于或低于 0.02 mol/L 的标准滴定溶液时,应于临用前将浓度高的标准滴定溶液用煮沸并冷却的水定容稀释,必要时重新标定。

3.8 本部分规定的标准滴定溶液在室温下保存时间一般不得超过两个月(有特别规定的除外)。超过两个月的标准滴定溶液应重新标定;当溶液出现浑浊、沉淀、颜色变化等现象时应重新制备。

3.9 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。

3.10 标定或滴定时,滴定速度一般应保持在 6 mL/min~8 mL/min。

4 警告

本部分制备方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上立即用水冲洗,严重者应立即就医。

5 标准滴定溶液的配制与标定

5.1 氢氧化钠标准滴定溶液

5.1.1 配制

5.1.1.1 饱和氢氧化钠溶液配制

称取 500 g 氢氧化钠置于聚乙烯烧杯中,加 400 mL 水,搅拌至基本溶解,注入聚乙烯容器中,密闭

放置至溶液清亮(放置时间至少一周)。

5.1.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液配制

按表 1 规定的体积用塑料管虹吸上层清液于聚乙烯容器中,注入 1 000 mL 无二氧化碳的水中,摇匀。

表 1

拟配制氢氧化钠标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{NaOH})]/(\text{mol/L})$	配制 1 000 mL 溶液所需氢氧化钠饱和溶液的体积/mL	标定时所需基准邻苯二甲酸氢钾的质量/g	溶解基准邻苯二甲酸氢钾所用无二氧化碳水的体积/mL
1	52	6	80
0.5	26	3	80
0.1	5.2	0.6	50

5.1.2 标定

5.1.2.1 测定方法

按表 1 规定称取于 105 ℃~110 ℃电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准邻苯二甲酸氢钾,精确至 0.000 1 g,溶于规定体积的无二氧化碳的水中,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用配制好的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色。同时作空白试验。

5.1.2.2 结果计算

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{NaOH})]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(1)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m}{M(V_1 - V_2)/1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_1 ——滴定时所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——称取的基准邻苯二甲酸氢钾质量的数值,单位为克(g);
- M ——邻苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=204.2$)。

5.2 盐酸标准滴定溶液

5.2.1 配制

按表 2 移取规定体积的盐酸,注入 1 000 mL 水中,摇匀。

表 2

拟配制盐酸标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{HCl})]/(\text{mol/L})$	配制 1 000 mL 溶液所需盐酸的体积/mL	标定时所需基准无水碳酸钠的质量/g
1	90	1.6
0.5	45	0.8
0.1	9	0.2

5.2.2 标定

5.2.2.1 测定方法

按表 2 称取规定量的于 270 ℃~300 ℃高温炉中灼烧至质量恒定的基准无水碳酸钠,精确至 0.000 1 g,溶于 50 mL 水中,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用配制好的盐酸标准滴定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。同时作空白试验。

5.2.2.2 结果计算

盐酸标准滴定溶液浓度 $[c(\text{HCl})]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(2)计算:

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{M(V_1 - V_2)/1\,000} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——滴定时所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取的基准无水碳酸钠质量的数值,单位为克(g);

M ——无水碳酸钠($1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=52.99$)。

5.3 硫酸标准滴定溶液

5.3.1 配制

按表3移取规定体积的硫酸,在不断搅拌下缓缓注入1 000 mL水中,冷却,摇匀。

表 3

拟配制硫酸标准滴定溶液的浓度 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$]/(mol/L)	配制 1 000 mL 溶液所需硫酸 的体积/mL	标定时所需基准无水 碳酸钠的质量/g
1	30	1.6
0.5	15	0.8
0.1	3	0.2

5.3.2 标定

5.3.2.1 测定方法

按表3称取规定量的于270℃~300℃高温炉中灼烧至质量恒定的基准无水碳酸钠,精确至0.000 1 g,溶于50 mL水中,加10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用配制好的硫酸标准滴定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。同时作空白试验。

5.3.2.2 结果计算

硫酸标准滴定溶液浓度[$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(3)计算:

$$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{m}{M(V_1 - V_2)/1\,000} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——滴定时所消耗的硫酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的硫酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取的基准无水碳酸钠质量的数值,单位为克(g);

M ——无水碳酸钠($1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=52.99$)。

5.4 碳酸钠标准滴定溶液

5.4.1 配制

按表4称取规定量的无水碳酸钠,溶于1 000 mL水中,摇匀。

表 4

拟配制碳酸钠标准滴定溶液的浓度 [$c(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3)$]/(mol/L)	标定时所需盐酸标准滴定 溶液的浓度/(mol/L)	配制 1 000 mL 溶液时所 需无水碳酸钠的质量/g	加入无二氧化碳 水的体积/mL
1	1	53	50
0.1	0.1	5.3	20

5.4.2 标定

5.4.2.1 测定方法

准确加入30.00 mL~35.00 mL配制好的碳酸钠标准滴定溶液,按表4加规定体积的水,加10滴

溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用规定浓度的盐酸标准滴定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。同时作空白试验。

5.4.2.2 结果计算

碳酸钠标准滴定溶液的浓度 $[c(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(4)计算:

$$c(1/2\text{Na}_2\text{CO}_3) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- c_1 ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定时所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——标定时准确加入的碳酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.5 重铬酸钾标准滴定溶液 $[c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$

5.5.1 方法一

5.5.1.1 配制

称取 5 g 重铬酸钾,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

5.5.1.2 标定

5.5.1.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的重铬酸钾标准滴定溶液 $[c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$,置于 500 mL 碘量瓶中,加 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液(20%),水封,摇匀,于暗处放置 10 min。快速加 150 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$ 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。

5.5.1.2.2 结果计算

重铬酸钾标准滴定溶液的浓度 $[c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(5)计算:

$$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——标定时准确加入的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.5.2 方法二

5.5.2.1 配制

称取 4.903 g 于 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准重铬酸钾,精确至 0.000 1 g,溶于水中,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.2 结果计算

重铬酸钾标准滴定溶液的浓度 $[c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(6)计算:

$$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = \frac{m}{MV/1\,000} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- m ——称取的基准重铬酸钾质量的数值,单位为克(g);
- V ——重铬酸钾溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——重铬酸钾($1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.03$)。

5.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$

5.6.1 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),加 0.2 g 无水碳酸钠,溶于

1 000 mL 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却。放置两周后过滤备用。

5.6.2 标定

5.6.2.1 方法一

5.6.2.1.1 测定方法

称取 0.15 g 于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准重铬酸钾,精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 碘量瓶中,溶于 25 mL 水,加 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液(20 %),水封,摇匀,于暗处放置 10 min。快速加 150 mL 水,用配制好的硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1\text{ mol/L}$] 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。

5.6.2.1.2 结果计算

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(7)计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{m}{M(V_1 - V_2)/1\,000} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V_1 ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取的基准重铬酸钾质量的数值,单位为克(g);

M ——重铬酸钾($1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.03$)。

5.6.2.2 方法二

5.6.2.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2\text{I}_2) \approx 0.1\text{ mol/L}$],置于 500 mL 碘量瓶中,加 150 mL 水,用配制好的硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1\text{ mol/L}$] 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 200 mL 水,加 0.05 mL 配制好的碘标准滴定溶液 [$c(1/2\text{I}_2) \approx 0.1\text{ mol/L}$] 及 3 mL 淀粉指示液(5 g/L),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1\text{ mol/L}$] 滴定至溶液蓝色消失。

5.6.2.2.2 结果计算

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(8)计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{(V_1 - 0.05)c_1}{V - V_2} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

c_1 ——碘标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——标定时准确加入的碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

0.05——空白试验中加入的碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.7 溴标准滴定溶液 [$c(1/2\text{Br}_2) \approx 0.1\text{ mol/L}$]

5.7.1 配制

称取 3 g 溴酸钾及 25 g 溴化钾,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

5.7.2 标定

5.7.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的溴标准滴定溶液 [$c(1/2\text{Br}_2) \approx 0.1\text{ mol/L}$],置于 500 mL 碘量瓶中,加 2 g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(20 %),水封,摇匀,于暗处放置 5 min。快速加 150 mL 水,

用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}]$ 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。

5.7.2.2 结果计算

溴标准滴定溶液的浓度 $[c(1/2\text{Br}_2)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(9)计算:

$$c(1/2\text{Br}_2) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——标定时准确加入的溴标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.8 溴酸钾标准滴定溶液 $[c(1/6\text{KBrO}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}]$

5.8.1 配制

称取 3 g 溴酸钾,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

5.8.2 标定

5.8.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的溴酸钾标准滴定溶液 $[c(1/6\text{KBrO}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}]$,置于 500 mL 碘量瓶中,加 2 g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(20 %),水封,摇匀,于暗处放置 5 min。快速加 150 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}]$ 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。

5.8.2.2 结果计算

溴酸钾标准滴定溶液的浓度 $[c(1/6\text{KBrO}_3)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(10)计算:

$$c(1/6\text{KBrO}_3) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

- c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——标定时准确加入的溴酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.9 碘标准滴定溶液 $[c(1/2\text{I}_2)\approx 0.1\text{ mol/L}]$

5.9.1 配制

称取 13 g 碘及 35 g 碘化钾,溶于 100 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL,摇匀,保存于棕色具塞瓶中。

5.9.2 标定

5.9.2.1 方法一

5.9.2.1.1 测定方法

称取 0.15 g 预先在硫酸干燥器中干燥至质量恒定的基准三氧化二砷,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 碘量瓶中,加 4 mL 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})\approx 1\text{ mol/L}]$ 溶解,加 50 mL 水,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用硫酸溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)\approx 1\text{ mol/L}]$ 中和,加 3 g 碳酸氢钠及 3 mL 淀粉指示液(5 g/L)用配制好的碘标准滴定溶液 $[c(1/2\text{I}_2)\approx 0.1\text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈浅蓝色。同时作空白试验。

5.9.2.1.2 结果计算

碘标准滴定溶液的浓度 $[c(1/2\text{I}_2)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(11)计算:

$$c(1/2\text{I}_2) = \frac{m}{M(V_1 - V_2)/1\,000} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

V_1 ——滴定时所消耗的碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_2 ——空白试验所消耗的碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 m ——称取的基准三氧化二砷质量的数值,单位为克(g);
 M ——三氧化二砷($1/4\text{As}_2\text{O}_3$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.46$)。

5.9.2.2 方法二

5.9.2.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$], 置于 500 mL 碘量瓶中,加 150 mL 水,用配制好的碘标准滴定溶液 [$c(1/2\text{I}_2)\approx 0.1\text{ mol/L}$] 滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液(5 g/L),继续滴定至溶液呈蓝色。

同时作水所消耗碘的空白试验。取 200 mL 水,加 0.05 mL 配制好的碘标准滴定溶液 [$c(1/2\text{I}_2)\approx 0.1\text{ mol/L}$] 及 3 mL 淀粉指示液(5 g/L),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$] 滴定至溶液蓝色消失。

5.9.2.2.2 结果计算

碘标准滴定溶液的浓度 [$c(1/2\text{I}_2)$], 数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(12)计算:

$$c(1/2\text{I}_2)=\frac{(V-V_2)c_1}{V_1-0.05} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 V ——标定时准确加入的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_1 ——滴定时所消耗的碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
0.05——空白试验中加入的碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.10 碘酸钾标准滴定溶液

5.10.1 方法一

5.10.1.1 配制

按表 5 称取规定量的碘酸钾,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

表 5

拟配制碘酸钾标准滴定溶液的浓度 [$c(1/6\text{KIO}_3)$]/(mol/L)	配制 1 000 mL 溶液时所需 碘酸钾的质量/g	标定所需移取碘酸钾 溶液的体积/mL
0.1	3.6	30.00~35.00
0.3	11	11.00~13.00

5.10.1.2 标定

5.10.1.2.1 测定方法

按表 5 规定体积移取配制好的碘酸钾标准滴定溶液,置于 500 mL 碘量瓶中,加水至约 35 mL,加入 2 g 碘化钾、5 mL 盐酸溶液(20 %),水封,摇匀,于暗处放置 5 min。快速加 150 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$] 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。

5.10.1.2.2 结果计算

碘酸钾标准滴定溶液的浓度 [$c(1/6\text{KIO}_3)$], 数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(13)计算:

$$c(1/6\text{KIO}_3)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——标定时准确加入的碘酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5. 10. 2 方法二

5. 10. 2. 1 配制

按表 6 规定的质量称取于 180 ℃±2 ℃电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准碘酸钾,精确至 0. 000 1 g,溶于水中,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

表 6

拟配制碘酸钾标准滴定溶液的浓度[$c(1/6\text{KIO}_3)$]/(mol/L)	称取基准碘酸钾的质量/g
0. 1	3. 567
0. 3	10. 700

5. 10. 2. 2 结果计算

碘酸钾标准滴定溶液的浓度[$c(1/6\text{KIO}_3)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(14)计算:

$$c(1/6\text{KIO}_3)=\frac{m}{MV/1\,000} \dots\dots\dots (14)$$

式中:

- m ——称取的基准碘酸钾质量的数值,单位为克(g);
- V ——碘酸钾溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——碘酸钾($1/6\text{KIO}_3$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35. 67$)。

5. 11 草酸标准滴定溶液[$c(1/2\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4)\approx0. 1\text{ mol/L}$]

5. 11. 1 配制

称取 6. 4 g 草酸($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

5. 11. 2 标定

5. 11. 2. 1 测定方法

准确加入 30. 00 mL~35. 00 mL 配制好的草酸标准滴定溶液[$c(1/2\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4)\approx0. 1\text{ mol/L}$],加 100 mL 硫酸溶液(8+92)用高锰酸钾标准滴定溶液[$c(1/5\text{KMnO}_4)\approx0. 1\text{ mol/L}$]滴定,近终点时加热至 65 ℃,继续滴定至溶液呈粉红色保持 30 s。同时作空白试验。

5. 11. 2. 2 结果计算

草酸标准滴定溶液的浓度[$c(1/2\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(15)计算:

$$c(1/2\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4)=\frac{(V_1-V_2)c_1}{V} \dots\dots\dots (15)$$

式中:

- c_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定时所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——标定时准确加入的草酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5. 12 高锰酸钾标准滴定溶液[$c(1/5\text{KMnO}_4)\approx0. 1\text{ mol/L}$]

5. 12. 1 配制

称取 3. 3 g 高锰酸钾,溶于 1 050 mL 水中,缓缓煮沸 15 min,冷却后置于暗处,保存两周。用滤板孔径为 5 μm~10 μm 玻璃砂坩埚过滤于清洁的棕色瓶中。

过滤高锰酸钾标准滴定溶液所使用的滤板孔径为 5 μm~10 μm 玻璃砂坩埚预先应以同样的高锰

酸钾标准滴定溶液缓缓煮沸 5 min, 收集瓶也要用此高锰酸钾标准滴定溶液洗涤二至三次。

5.12.2 标定

5.12.2.1 方法一

5.12.2.1.1 测定方法

称取 0.2 g 于 105℃~110℃ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准草酸钠, 精确至 0.000 1 g, 溶于 100 mL 硫酸溶液(8+92)中, 用配制好的高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定, 近终点时加热至 65℃, 继续滴定至溶液呈粉红色, 保持 30 s 不褪色。同时作空白试验。

5.12.2.1.2 结果计算

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度 [$c(1/5\text{KMnO}_4)$], 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按公式(16)计算:

$$c(1/5\text{KMnO}_4) = \frac{m}{M(V_1 - V_2)/1000} \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中:

V_1 ——滴定时所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

m ——称取的基准草酸钠质量的数值, 单位为克 (g);

M ——草酸钠 ($1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=66.70$)。

5.12.2.2 方法二

5.12.2.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$], 置于 500 mL 碘量瓶中, 加 2 g 碘化钾、20 mL 硫酸溶液(20%), 水封, 摇匀, 置于暗处放置 5 min。加 150 mL 水, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定, 近终点时加 3 mL 淀粉指示液 (5 g/L), 继续滴定至溶液呈蓝色。

5.12.2.2.2 结果计算

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度 [$c(1/5\text{KMnO}_4)$], 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按公式(17)计算:

$$c(1/5\text{KMnO}_4) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中:

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V_1 ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V ——标定时准确加入的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL)。

5.13 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 [$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$]

5.13.1 配制

称取 40 g 硫酸亚铁铵 [$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 溶于 300 mL 硫酸溶液(20%)中, 加 700 mL 水, 摇匀。

5.13.2 标定

5.13.2.1 测定方法

称取 0.15 g 于 120℃±2℃ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准重铬酸钾, 精确至 0.000 1 g, 加 150 mL 水溶解, 加入 15 mL 硫酸溶液(1+4)、5 mL 磷酸, 用配制好的硫酸亚铁铵溶液 [$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈黄绿色, 加入 2 mL 邻苯氨基苯甲酸溶液 (1 g/L) 继续滴定至紫红色变为绿色。

5.13.2.2 结果计算

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$, 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按公式(18)

计算:

$$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = \frac{m}{VM} \quad \text{..... (18)}$$

式中:

- m ——称取的基准重铬酸钾质量的数值,单位为克(g);
- V ——滴定时所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——重铬酸钾($1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.03$)。

注:本标准滴定溶液极易被氧化,在使用前标定有利于测定结果的准确。

5.14 硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液 $\{c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}, c[2(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot \text{Ce}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}\}$

5.14.1 配制

称取 40 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ {或 67 g 硫酸铈铵 $[2(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot \text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ }加 30 mL 水及 28 mL 硫酸,再加 300 mL 水,加热溶解,再加入 650 mL 水,摇匀。

5.14.2 标定

5.14.2.1 方法一

5.14.2.1.1 测定方法

称取 0.2 g 于 105℃~110℃电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准草酸钠,精确至 0.0001 g,溶于 75 mL 水中,加入 4 mL 硫酸溶液(20%)及 10 mL 盐酸,加热至 65℃~70℃,用配制好的硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色,加入 3 滴亚铁-邻菲罗啉指示液使溶液变为橘红色,继续滴定至溶液呈浅蓝色。同时作空白试验。

5.14.2.1.2 结果计算

硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液的浓度(c),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(19)计算:

$$c = \frac{m}{M(V_1 - V_2)/1000} \quad \text{..... (19)}$$

式中:

- V_1 ——滴定时所消耗的硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——称取的基准草酸钠质量的数值,单位为克(g);
- M ——草酸钠($1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=66.70$)。

5.14.2.2 方法二

5.14.2.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液,置于 500 mL 碘量瓶中,加 2 g 碘化钾、20 mL 硫酸溶液(20%),水封,摇匀,置于暗处放置 5 min。加 150 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液(5 g/L),继续滴定至溶液呈蓝色。同时作空白试验。

5.14.2.2.2 结果计算

硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液的浓度(c),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(20)计算:

$$c = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \quad \text{..... (20)}$$

式中:

- c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——标定时准确加入的硫酸铈(或硫酸铈铵)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5. 15 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液

5. 15. 1 配制

按表 7 称取规定量的乙二胺四乙酸二钠,加 1 000 mL 水,加热溶解,冷却,摇匀。

表 7

拟配制乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{EDTA})]/(\text{mol/L})$	配制 1 000 mL 标准滴定溶液时所需乙二胺四乙酸二钠的质量/g	标定所需基准氧化锌的质量/g
0. 1	40	0. 25
0. 05	20	0. 15
0. 02	8	0. 42

5. 15. 2 标定

5. 15. 2. 1 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})\approx 0. 1 \text{ mol/L}, c(\text{EDTA})\approx 0. 05 \text{ mol/L}]$

5. 15. 2. 1. 1 测定方法

按表 7 称取规定量的于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧至质量恒定的基准氧化锌,精确至 $0. 000\text{ }1\text{ g}$ 。用少量水湿润,加 2 mL 盐酸溶液(20 %)使其溶解,加 100 mL 水,用氨水溶液(10 %)中和至 $\text{pH}=7\sim 8$,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲($\text{pH}\approx 10$)及 5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L)或少量铬黑 T 指示剂,用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液 $[c(\text{EDTA})\approx 0. 1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时作空白试验。

5. 15. 2. 1. 2 结果计算

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{EDTA})]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(21)计算:

$$c(\text{EDTA})=\frac{m}{M(V_1-V_2)/1\,000} \dots\dots\dots (21)$$

式中:

V_1 ——滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取的基准氧化锌质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化锌(ZnO)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=81. 39$)。

5. 15. 2. 2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})\approx 0. 02 \text{ mol/L}]$

5. 15. 2. 2. 1 测定方法

按表 7 称取规定量的于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧至质量恒定的基准氧化锌,精确至 $0. 000\text{ }1\text{ g}$ 。用少量水湿润,滴加盐酸溶液(20 %)使其溶解,全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。准确加入 30. 00 mL~35. 00 mL 该溶液,加 70 mL 水,用氨水溶液(10 %)中和至 $\text{pH}=7\sim 8$,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲($\text{pH}\approx 10$)及 5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L)或少量铬黑 T 指示剂,用配制好的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时作空白试验。

5. 15. 2. 2. 2 结果计算

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{EDTA})]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(22)计算:

$$c(\text{EDTA})=\frac{m\times V/250}{M(V_1-V_2)/1\,000} \dots\dots\dots (22)$$

式中:

V_1 ——滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——标定时准确加入的基准氧化锌溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m^- —称取的基准氧化锌质量的数值,单位为克(g);

M —氧化锌(ZnO)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=81.39$)。

5.16 氯化锌标准滴定溶液[$c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]

5.16.1 配制

称取 14 g 氯化锌,溶于 1 000 mL 盐酸溶液(0.5+999.5)中,摇匀。

5.16.2 标定

5.16.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的氯化锌标准滴定溶液[$c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$],加 70 mL 水及 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH ≈ 10),5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L)或少量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[$c(\text{EDTA}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时作空白试验。

5.16.2.2 结果计算

氯化锌标准滴定溶液的浓度[$c(\text{ZnCl}_2)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(23)计算:

$$c(\text{ZnCl}_2) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \dots\dots\dots (23)$$

式中:

c_1 —乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 —空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V —标定时准确加入的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.17 氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液[$c(\text{MgCl}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 、 $c(\text{MgSO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]

5.17.1 配制

称取 21 g 氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),[或 25 g 硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)],溶于 1 000 mL 盐酸溶液(0.5+999.5)中,放置一个月后,用 16 μm ~30 μm 的玻璃砂坩埚过滤,摇匀。

5.17.2 标定

5.17.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液,加 70 mL 水及 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH ≈ 10),5 滴铬黑 T 指示液(5 g/L)或少量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[$c(\text{EDTA}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时作空白试验。

5.17.2.2 结果计算

氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液的浓度(c),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(24)计算:

$$c = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \dots\dots\dots (24)$$

式中:

c_1 —乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 —空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V —标定时准确加入的氯化镁(或硫酸镁)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.18 硝酸铅标准滴定溶液[$c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.05 \text{ mol/L}$]

5.18.1 配制

称取 17 g 硝酸铅,溶于 1 000 mL 硝酸溶液(0.5+999.5),摇匀。

5.18.2 标定

5.18.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的硝酸铅标准滴定溶液[$c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.05 \text{ mol/L}$],加

3 mL 冰乙酸及 5 g 六亚甲基四胺,加 70 mL 水及 2 滴二甲酚橙指示液(2 g/L)用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})\approx 0.05 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈亮黄色。

5.18.2.2 结果计算

硝酸铅标准滴定溶液的浓度 $\{c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]\}$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(25)计算:

$$c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2] = \frac{V_1 c_1}{V} \dots\dots\dots (25)$$

式中:

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——标定时准确加入的硝酸铅标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.19 硫酸铜标准滴定溶液 $[c(\text{CuSO}_4)\approx 0.1 \text{ mol/L}]$

5.19.1 配制

称取 25 g 五水硫酸铜(或 16 g 无水硫酸铜),溶于 1 000 mL 硫酸溶液(0.5+999.5),摇匀。

5.19.2 标定

5.19.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的硫酸铜标准滴定溶液 $[c(\text{CuSO}_4)\approx 0.1 \text{ mol/L}]$,加 70 mL 水、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液乙(pH ≈ 10)及 0.2 g 红紫酸铵混合指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})\approx 0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈紫蓝色。同时作空白试验。

5.19.2.2 结果计算

硫酸铜标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{CuSO}_4)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(26)计算:

$$c(\text{CuSO}_4) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \dots\dots\dots (26)$$

式中:

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定时所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——标定时准确加入的硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.20 硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)\approx 0.1 \text{ mol/L}]$

5.20.1 配制

称取 17.5 g 硝酸银,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。溶液保存于棕色瓶中。

5.20.2 标定

5.20.2.1 测定方法

称取 0.2 g 于 500 °C~600 °C 高温炉中灼烧至质量恒定的基准氯化钠,精确至 0.000 1 g,溶于 70 mL 水中,加 10 mL 淀粉溶液(10 g/L),以 216 型银电极作指示电极,217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极。用配制好的硝酸银溶液 $[c(\text{AgNO}_3)\approx 0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定。滴定初期预先加入一定量的硝酸银滴定溶液至近终点,再按 0.1 mL 的量逐次加入(必要时可适当增加),记录每次加入硝酸银溶液后的总体积及相应的电位值 E ,计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_2 之间的差值 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定终点,终点后再继续记录一个电位值 E 。

数据记录格式及滴定终点时所消耗的标准滴定溶液的体积(V)的计算参见附录 B。

5.20.2.2 结果计算

硝酸银标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{AgNO}_3)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(27)计算:

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{m}{MV/1\,000} \dots\dots\dots (27)$$

式中:

V ——滴定至终点时所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取的基准氯化钠质量的数值,单位为克(g);

M ——氯化钠(NaCl)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.44$)。

5.21 氯化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]

5.21.1 方法一

5.21.1.1 配制

称取 5.9 g 氯化钠,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

5.21.1.2 标定

5.21.1.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 配制好的氯化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$],加 40 mL 水及 10 mL 淀粉溶液(10 g/L),以 216 型银电极作指示电极,217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极。用硝酸银标准滴定溶液[$c(\text{AgNO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]滴定。滴定初期预先加入一定量的硝酸银滴定溶液至近终点,再按 0.1 mL 的量逐次加入(必要时可适当增加),记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积及相应的电位值 E ,计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_2 之间的差值 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定终点,终点后再继续记录一个电位值 E 。

数据记录格式及滴定终点时所消耗的标准滴定溶液的体积(V)的计算参见附录 B。

5.21.1.2.2 结果计算

氯化钠标准滴定溶液的浓度[$c(\text{NaCl})$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(28)计算:

$$c(\text{NaCl}) = \frac{V_1 c_1}{V} \dots\dots\dots (28)$$

式中:

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定至终点时所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——标定时准确加入的氯化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.21.2 方法二

5.21.2.1 配制

称取 5.844 g 于 550 °C ± 50 °C 高温炉中灼烧至质量恒定的基准氯化钠,精确至 0.000 1 g,溶于水中,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.21.2.2 结果计算

氯化钠标准滴定溶液的浓度[$c(\text{NaCl})$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(29)计算:

$$c(\text{NaCl}) = \frac{m}{MV/1\,000} \dots\dots\dots (29)$$

式中:

m ——称取的基准氯化钠质量的数值,单位为克(g);

V ——氯化钠溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——氯化钠(NaCl)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.44$)。

5.22 硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液[$c(\text{NaSCN}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 、 $c(\text{KSCN}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 、 $c(\text{NH}_4\text{SCN}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]

5.22.1 配制

称取 8.2 g 硫氰酸钠(或 9.7 g 硫氰酸钾或 7.9 g 硫氰酸铵),溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

5.22.2 标定

5.22.2.1 方法一

5.22.2.1.1 测定方法

称取 0.6 g 于硫酸干燥器中干燥至质量恒定的基准硝酸银,精确至 0.000 1 g,溶于 90 mL 水中,加

10 mL 淀粉溶液(10 g/L)及 10 mL 硝酸溶液(25 %),以 216 型银电极作指示电极,217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极。用配制好的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液滴定。滴定初期预先加入一定量的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液至近终点,再按 0.1 mL 的量逐次加入(必要时可适当增加),记录每次加入硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)溶液后的总体积及相应的电位值 E ,计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_2 之间的差值 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定终点,终点后再继续记录一个电位值 E 。

数据记录格式及滴定终点时所消耗的标准滴定溶液的体积(V)的计算参见附录 B。

5.22.2.1.2 结果计算

硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液的浓度(c),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(30)计算:

$$c = \frac{m}{MV/1\,000} \dots\dots\dots (30)$$

式中:

V ——滴定至终点时所消耗的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取的基准硝酸银质量的数值,单位为克(g);

M ——硝酸银(AgNO_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=169.9$)。

5.22.2.2 方法二

5.22.2.2.1 测定方法

准确加入 30.00 mL~35.00 mL 硝酸银标准滴定溶液[$c(\text{AgNO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$],加 70 mL 水、1 mL 硫酸铁铵指示液(80 g/L)及 10 mL 硝酸溶液(25 %),在摇动下用配制好的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液滴定。终点前摇动溶液至完全清亮后,继续滴定至溶液所呈浅棕红色保持 30 s。

5.22.2.2.2 结果计算

硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液的浓度(c),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(31)计算:

$$c = \frac{V_1 c_1}{V} \dots\dots\dots (31)$$

式中:

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定至终点时所消耗的硫氰酸钠(或硫氰酸钾或硫氰酸铵)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——标定时准确加入的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.23 亚硝酸钠标准滴定溶液

5.23.1 配制

按表 8 称取规定量的亚硝酸钠、氢氧化钠及无水碳酸钠,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

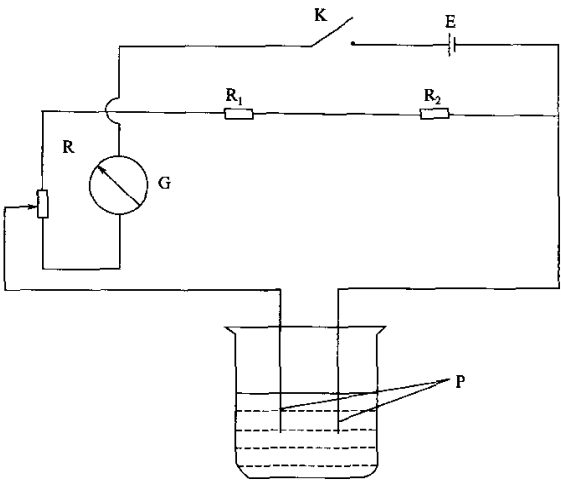
表 8

拟配制亚硝酸钠标准 滴定溶液的浓度 [$c(\text{NaNO}_2)$]/(mol/L)	配制 1 000 mL 标准滴定溶液所需			所需基准无水对氨基 苯磺酸的质量/g	所需氨水 体积/mL
	亚硝酸钠 的质量/g	氢氧化钠 的质量/g	无水碳酸钠的质量 /g		
0.5	36	0.5	1	2.5	3
0.1	7.2	0.1	0.2	0.5	2

5.23.2 标定

5.23.2.1 测定方法

按表 8 称取规定量的于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准无水对氨基苯磺酸,精确至 0.0001 g 。按表 8 规定相应体积的氨水溶解,加 200 mL 水以及 20 mL 盐酸,按永停滴定法安装好电极和测量仪表(见图 1)。将装有配制好的亚硝酸钠标准滴定溶液的滴管下口插入溶液内约 10 mm 处,在搅拌下于 $15\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 进行滴定,近终点时,将滴管的尖端提出液面,用少量水淋洗尖端,洗液并入溶液中,继续慢慢滴定,并观察检流计读数和指针偏转情况,直至加入滴定液搅拌后电流突增,并不再回复时即为滴定终点。



- R—电阻(其阻值与检流计临界阻尼电阻值近似);
- R_1 —电阻($60\text{ }\Omega \sim 70\text{ }\Omega$,或用可变电阻,使加于两个电极上的电压约为 50 mV);
- R_2 —电阻($2\text{ }000\text{ }\Omega$);
- E—干电池(1.5 V);
- K—开关;
- G—检流计(灵敏度为 10^{-9} A/格);
- P—铂电极。

图 1 测量仪表安装示意图

5.23.2.2 结果计算

亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{NaNO}_2)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(32)计算:

$$c(\text{NaNO}_2) = \frac{m}{MV/1\text{ }000} \dots\dots\dots (32)$$

式中:

- V—滴定时所消耗的亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m—称取基准无水对氨基苯磺酸质量的数值,单位为克(g);
- M—无水对氨基苯磺酸 $[\text{C}_6\text{H}_4(\text{NH}_2)(\text{SO}_3\text{H})]$ 摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=173.2$)。

注:本标准滴定溶液极易被氧化,在使用前标定有利于测定结果的准确。

5.24 高氯酸标准滴定溶液 $[c(\text{HClO}_4) \approx 0.1\text{ mol/L}]$

5.24.1 配制

移取 8.5 mL 高氯酸,在搅拌下注入 500 mL 冰乙酸中,混匀。在室温下滴加 20 mL 乙酸酐,搅拌至溶液均匀。冷却后用冰乙酸稀释至 $1\text{ }000\text{ mL}$,摇匀。

5.24.2 标定

5.24.2.1 测定方法

称取 0.6 g 于 105℃~110℃ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准邻苯二甲酸氢钾,精确至 0.0001 g,置于干燥的锥形瓶中,加入 50 mL 冰乙酸,温热溶解。加 2 滴~3 滴结晶紫指示液(5 g/L),用配制好的高氯酸溶液 $[c(\text{HClO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液由紫色变为蓝色(微带紫色)。

5.24.2.2 结果计算

高氯酸标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{HClO}_4)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(33)计算:

$$c(\text{HClO}_4) = \frac{m}{MV/1\,000} \quad \text{..... (33)}$$

式中:

V ——滴定时所消耗的高氯酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——称取的基准邻苯二甲酸氢钾质量的数值,单位为克(g);

M ——邻苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=204.2$)。

5.24.3 修正方法

使用高氯酸标准滴定溶液时的温度应与标定时的温度相同;若温度不相同,应将高氯酸标准滴定溶液的浓度修正到使用温度下的浓度的数值。

高氯酸标准滴定溶液修正后的浓度 $[c_1(\text{HClO}_4)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(34)计算:

$$c_1(\text{HClO}_4) = \frac{c}{1+0.0011(t_1-t)} \quad \text{..... (34)}$$

式中:

c ——标定温度下高氯酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

t_1 ——使用时高氯酸标准滴定溶液的温度的数值,单位为摄氏度(℃);

t ——标定高氯酸标准滴定溶液的温度的数值,单位为摄氏度(℃);

0.0011——高氯酸标准滴定溶液每改变 1℃时的体积膨胀系数。

5.25 硝酸汞标准滴定溶液 $\{c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}\}$

5.25.1 配制

称取 10.85 g 氧化汞溶解在 10 mL 硝酸中,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。或者称取 17.13 g 硝酸汞 $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 置于 250 mL 烧杯中,加入 7 mL 硝酸溶液(1+1),加少量水溶解,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液贮存在密闭的玻璃瓶中。

5.25.2 标定

5.25.2.1 测定方法

准确称取 5.844 g 于 500℃~600℃ 高温炉中灼烧至质量恒定的基准氯化钠,精确至 0.0001 g,置于 250 mL 烧杯中加少量水溶解,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 25.00 mL 基准氯化钠溶液置于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至 100 mL 加 3 滴~4 滴溴酚蓝指示液,若溶液颜色呈蓝紫色,滴加硝酸溶液(8+92)至溶液变成黄色,再过量 5 滴~6 滴;若溶液颜色呈黄色,则滴加氢氧化钠溶液(40 g/L)至溶液变蓝紫色,再滴加硝酸溶液(8+92)至溶液变成黄色,然后过量 5 滴~6 滴。加 0.25 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液(5 g/L),用硝酸汞溶液滴定至溶液由黄色变成紫红色即为终点。

将废液收集于约 50 L 的容器中,当废液达到 40 L 左右,参见附录 C 规定的方法进行处理。

本标准滴定溶液每月应重新标定一次。

5.25.2.2 结果计算

硝酸汞标准滴定溶液的浓度 $\{c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]\}$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(35)计算:

$$c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = \frac{m}{MV/1\,000} \quad \text{..... (35)}$$

式中:

V ——滴定时所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——25.00 mL 基准氯化钠溶液中所含基准氯化钠的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯化钠(NaCl)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.44$)。

5.26 草酸钠标准滴定溶液

5.26.1 配制

称取 6.700 g 于 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的基准草酸钠,精确至 0.000 1 g,溶于水中,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.26.2 结果计算

草酸钠标准滴定溶液的浓度 [$c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$],数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(36)计算:

$$c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \frac{m}{MV/1\,000} \dots\dots\dots (36)$$

式中:

m ——称取的基准草酸钠质量的数值,单位为克(g);

V ——草酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——草酸钠($1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=67.00$)。

附 录 A
(规范性附录)

不同温度下标准滴定溶液的体积的补正值

表 A. 1 单位为毫升每升(mL/L)

温度 /℃	水和 0.05 mol/L 以下的各 种水溶液	0.1 mol/L 和 0.2 mol/L 各种水溶液	盐酸溶液 $c(\text{HCl})=0.5\text{ mol/L}$	盐酸溶液 $c(\text{HCl})=1\text{ mol/L}$	硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$ 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$	硫酸溶液 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$ 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$
5	+1.38	+1.7	+1.9	+2.3	+2.4	+3.6
6	+1.38	+1.7	+1.9	+2.2	+2.3	+3.4
7	+1.36	+1.6	+1.8	+2.2	+2.2	+3.2
8	+1.33	+1.6	+1.8	+2.1	+2.2	+3.0
9	+1.29	+1.5	+1.7	+2.0	+2.1	+2.7
10	+1.23	+1.5	+1.6	+1.9	+2.0	+2.5
11	+1.17	+1.4	+1.5	+1.8	+1.8	+2.3
12	+1.10	+1.3	+1.4	+1.6	+1.7	+2.0
13	+0.99	+1.1	+1.2	+1.4	+1.5	+1.8
14	+0.88	+1.0	+1.1	+1.2	+1.3	+1.6
15	+0.77	+0.9	+0.9	+1.0	+1.1	+1.3
16	+0.64	+0.7	+0.8	+0.8	+0.9	+1.1
17	+0.50	+0.6	+0.6	+0.6	+0.7	+0.8
18	+0.34	+0.4	+0.4	+0.4	+0.5	+0.6
19	+0.18	+0.2	+0.2	+0.2	+0.2	+0.3
20	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
21	-0.18	-0.2	-0.2	-0.2	-0.2	-0.3
22	-0.38	-0.4	-0.4	-0.5	-0.5	-0.6
23	-0.58	-0.6	-0.7	-0.7	-0.8	-0.9
24	-0.80	-0.9	-0.9	-1.0	-1.0	-1.2
25	-1.03	-1.1	-1.1	-1.2	-1.3	-1.5
26	-1.26	-1.4	-1.4	-1.4	-1.5	-1.8
27	-1.51	-1.7	-1.7	-1.7	-1.8	-2.1
28	-1.76	-2.0	-2.0	-2.0	-2.1	-2.4
29	-2.01	-2.3	-2.3	-2.3	-2.4	-2.8
30	-2.30	-2.5	-2.5	-2.6	-2.8	-3.2
31	-2.58	-2.7	-2.7	-2.9	-3.1	-3.5
32	-2.86	-3.0	-3.0	-3.2	-3.4	-3.9
33	-3.04	-3.2	-3.3	-3.5	-3.7	-4.2
34	-3.47	-3.7	-3.6	-3.8	-4.1	-4.6
35	-3.78	-4.0	-4.0	-4.1	-4.4	-5.0
36	-4.10	-4.3	-4.3	-4.4	-4.7	-5.3

注 1:本表数值是以 20℃ 为标准温度以实测法测出。
注 2:表中带有“+”、“-”号的数值以 20℃ 为分界。室温低于 20℃ 的补正值为“+”,高于 20℃ 的补正值为“-”。
注 3:本表的用法示例:如 1 L 硫酸溶液[$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$]由 25℃ 换算为 20℃ 时,其体积修正值为 -1.5 mL,故 40.00 mL 换算为 20℃ 时的体积为

$$V_{20}=40.00-\frac{1.5}{1\ 000}\times 40.00=39.94\text{ mL}$$

附 录 B
(资料性附录)

电位滴定终点的确定方法及数据记录示例

B.1 滴定终点时所消耗的标准滴定溶液体积的计算

滴定终点时所消耗的标准滴定溶液的体积(V)按公式(B.1)计算:

$$V=V_0+V_1\times\frac{b}{B} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- V_0 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前所加入标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 —— 电位增量值 ΔE_1 达最大值前最后一次所加入标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- b —— ΔE_2 最后一次正值;
- B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和。

示例: $V=4.90+0.10\times\frac{37}{37+49}=4.94$

注:电位滴定数据见表 B.1。

B.2 电位滴定数据记录格式

表 B.1

标准滴定溶液的体积 V/mL	电位值 E/mV	ΔE_1 /mV	ΔE_2 /mV
4.80	176		
		35	
4.90	211		+37
		72	
5.00	283		-49
		23	
5.10	306		-10
		13	
5.20	319		-2
		11	
5.30	330		

注:第一、第二列分别记录所加入的标准滴定溶液的总容积和对应的电位值 E。第三列记录连续增加的电位值 ΔE_1 ,第四列记录增加的电位值 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 ,此差值有正有负。

附 录 C
(资料性附录)
含汞废液的处理方法

C.1 方法提要

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

C.2 处理步骤

将废液收集于约 5 L 的容器中,当废液达约 4 L 时依次加入 40 mL 氢氧化钠溶液(400 g/L),10 g 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),摇匀。10 min 后慢慢加入 40 mL 的过氧化氢溶液(质量分数为 30 %)充分混合,放置 24 h 后将上部清液排入废水中,沉淀物(硫化汞又名辰砂,不溶于水,对人体无害)转入另一容器内,由专人进行汞的回收。

上述操作中所用药剂均为工业级。
