

ICS 71.060.01;71.060.99

G 10

备案号:34582—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

94105

HG/T 3696.2—2011

代替 HG/T 3696.2—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2部分：杂质标准溶液的制备

Inorganic chemicals for industrial use

Preparations of standard and reagent solutions for chemical analysis

Part 2: Preparations of standard solutions for impurity

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

前 言

HG/T 3696《无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备》分为以下几部分：

- 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：试剂及制品的制备。

本部分为 HG/T 3696 的第2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 3696.2—2002《无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备》。本部分与 HG/T 3696.2—2002 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——本部分名称按照 GB/T 1.1—2009 的要求修改为“无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备”；

——增加了对所需标准溶液、试剂及制品的要求(见 3.3)；

——增加了“4 警告”一章(见 4)；

修改了表 1 名称，改为“金属元素杂质标准贮备溶液的制备”(见 5.1, 2002 年版的 4.1)；

——增加了用高纯金属镁制备镁杂质标准溶液的方法(见 5.1 表 1)；

——增加了用氯化亚锡制备锡杂质标准溶液的方法(见 5.1 表 1)；

——删除了亚铁杂质标准溶液的制备(见 2002 年版的 4.1 表 1)；

——修改了表 2 名称，改为“非金属元素杂质标准贮备溶液的制备”(见 5.2, 2002 年版的 4.2)；

——增加了表 2 中碘、氟、溴杂质标准溶液的制备和硫、氯杂质标准溶液的另一种制备方法(见 5.2 表 2)；

增加了表 2 中方法 2 制备的硫杂质标准溶液的标定方法和资料性附录 A(见 5.2 表 2 和附录 A)；

——修改了表 3 名称，改为“铵根和酸根杂质标准贮备溶液的制备”(见 5.3, 2002 年版的 4.1 和 4.3)；

——将“碘酸物”改为“碘酸盐”(见 5.3 表 3, 2002 年版的 4.3 表 3)；

——删除了表 3 中碘化物、氟化物、硫化物、氯化物和溴化物杂质标准溶液制备，将表 2 中铵杂质标准溶液的制备移入表 3(见 5.2 表 2, 2002 年版的 4.3 表 3)；

——增加了重铬酸盐杂质标准溶液的制备方法(见 5.3 表 3)；

——调整了附录中六氟合硅酸含量测定的计算公式(见 B.1, 2002 年版的 A2)；

——修改了表 4 名称，改为“以无机分子计的杂质标准贮备溶液的制备”，将有机分子杂质标准贮备溶液的制备及甲醛、乙醛含量测定方法部分移入附录 C(见 5.4 和附录 C, 2002 年版的 4.4 和附录 B)；

——增加了表 4 中碘化物(以碘化钾计)、氟化物(以氟化钠计)、硫化物(以硫化钠计)和氯化物(以氯化钠计)杂质标准溶液的制备方法(见 5.4 表 4, 2002 年版的 4.4 表 4)；

——增大丙酮、甲醇的称样量至 1.000 g(见附录 C, 2002 年版的 4.4)。

本部分修订中参考 ASTM E 200-08《化学分析用标准和试剂溶液的配制、标定和贮存》中杂质标准溶液的有关内容编制。

本标准的附录 A、附录 C 为资料性附录，附录 B 为规范性附录。

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、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、中科铜都粉体新材料股份有限公司、天津出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:郭永欣、林若芸、焦铸、钱文生、刘绍从、欧阳准。

无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备

第 2 部分：杂质标准溶液的制备

1 范围

本部分规定了无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备方法。

本部分适用于无机化工产品分析中杂质含量测定时所需的一定容积内含有准确数量的某一元素、离子或分子的标准溶液的制备。也可供其他化工产品化学分析选用。

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

HG/T 3696.1 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

HG/T 3696.3 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 本部分所用水,在没有注明其他要求时,应符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

3.2 本部分中所用试剂的纯度应在分析纯以上。使用易氧化金属前应进行表面处理。

3.3 本部分附录中所需标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 之规定制备。

3.4 稀释杂质标准溶液时,应使用准确的量器(移液管、容量瓶)整倍数稀释。每次量取的标准溶液体积不得少于 1.00 mL。

3.5 杂质测定用标准溶液,除有特殊规定外,在室温下保存期一般为 12 个月,当出现混浊、沉淀或颜色有变化时,应重新制备。

3.6 本部分规定的杂质标准溶液的制备方法按汉语拼音顺序排列。

3.7 本部分中制备贮备液的体积仅供参考,使用者可根据用量大小,适当调整制备体积,但最少不得少于 100 mL。

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,操作者必须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

5 制备方法

5.1 金属元素杂质标准溶液的制备

除有特殊规定外,此杂质标准溶液(见表 1)制备后应贮存于适当的塑料瓶中。

表 1 金属元素杂质标准贮备溶液的制备

名称	溶液浓度	制备方法
钯(Pd)	1 mL 溶液含钯(Pd)1 mg	称量 0.833 g 预先在 105 ℃~110 ℃干燥 1 h 的氯化钯,加 1+4 盐酸溶液 15 mL 溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
钡(Ba)	1 mL 溶液含钡(Ba)1 mg	1. 称量 0.889 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.718 g 预先在 110 ℃干燥至质量恒定的碳酸钡,加 1+4 盐酸溶液溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铋(Bi)	1 mL 溶液含铋(Bi)1 mg	1. 称量 1.616 g 硝酸铋 $[\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}]$,加 1+4 硝酸溶液 50 mL 溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 金属铋,溶于 6 mL 硝酸中,煮沸除去三氧化二氮气体,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铂(Pt)	1 mL 溶液含铂(Pt)1 mg	1. 称量 1.245 g 氯铂酸钾,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铂,溶于少量王水中,水浴上蒸发近干,加入 5 mL 盐酸,再在水浴上蒸发近干,加入 1+1 盐酸溶液 20 mL 溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
碲(Te)	1 mL 溶液含碲(Te)1 mg	称量 0.100 g 金属碲,加 20 mL~30 mL 盐酸及数滴硝酸,温热溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用 1+1 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。
钒(V)	1 mL 溶液含钒(V)1 mg	1. 称量 1.150 g 偏钒酸铵,溶于水(必要时可温热),全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 金属钒,溶于硝酸中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
钙(Ca)	1 mL 溶液含钙(Ca)1 mg	1. 称量 1.249 g 于 105 ℃~110 ℃干燥至质量恒定的碳酸钙,少量水润湿,再加 1+3 盐酸溶液 50 mL,煮沸除去二氧化碳,冷却,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 1.834 g 氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
锆(Zr)	1 mL 溶液含锆(Zr)1 mg	称量 1.766 g 氧氯化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$),加 1+3 盐酸溶液 150 mL 溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,用 1+3 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。
镉(Cd)	1 mL 溶液含镉(Cd)1 mg	1. 称量 1.016 g 氯化镉($\text{CdCl}_2 \cdot 5/2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属镉,溶于硝酸中,水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 5 mL,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 20 mL 溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铬(Cr)	1 mL 溶液含铬(Cr)1 mg	1. 称量 1.867 g 预先于 105 ℃干燥 1 h 的铬酸钾,溶于含有 100 g/L 氢氧化钠溶液 1 滴的少量水中,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 1.414 g 预先于 120 ℃干燥 4 h 的重铬酸钾,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属铬,溶于盐酸中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
汞(Hg)	1 mL 溶液含汞(Hg)1 mg	1. 称量 0.677 g 氯化汞,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.809 g 硝酸汞,加 1+9 硝酸溶液 50 mL 溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

表 1(续)

名称	溶液浓度	制备方法
钴(Co)	1 mL 溶液含钴(Co)1 mg	1. 称量 1.315 g 无水硫酸钴(用 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 于 $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 550\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定),加入 100 mL 水,加热至溶解,冷却后全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 2.469 g 硝酸钴 $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属钴,溶于硝酸中,水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 5 mL,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 20 mL 溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
镓(Ga)	1 mL 溶液含镓(Ga)1 mg	称量 0.665 g 三氧化二镓,溶于 25 mL 硫酸,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
钾(K)	1 mL 溶液含钾(K)1 mg	1. 称量 0.953 g 于 $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 600\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的氯化钾,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 1.293 g 硝酸钾,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
金(Au)	1 mL 溶液含金(Au)1 mg	称量 0.100 g 高纯金属金,加 10 mL 盐酸、5 mL 硝酸溶解,在水浴上蒸发近干,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
锂(Li)	1 mL 溶液含锂(Li)1 mg	称量 2.661 g 碳酸锂,加 50 mL 水及 25 mL 盐酸溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
铝(Al)	1 mL 溶液含铝(Al)1 mg	1. 称量 8.797 g 硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加 1+3 硫酸溶液 50 mL,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铝,溶于 2+1 盐酸溶液中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
镁(Mg)	1 mL 溶液含镁(Mg)1 mg	1. 称量 0.829 g 于 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的氧化镁,溶于 10 mL 盐酸及少量水中,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 5.070 g 硫酸镁 $(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属镁,溶于 2+1 盐酸溶液中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
锰(Mn)	1 mL 溶液含锰(Mn)1 mg	1. 称量 1.374 g 于 $400\text{ }^\circ\text{C} \sim 500\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的无水硫酸锰,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 1.538 g 硫酸锰 $(\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属锰,溶于 1+1 硝酸溶液 10 mL 中,水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 5 mL,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 20 mL 溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
钼(Mo)	1 mL 溶液含钼(Mo)1 mg	1. 称量 0.920 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属钼,溶于少量王水中,水浴上蒸发近干,加入 1+1 盐酸溶液 20 mL 溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用 1+1 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。
钠(Na)	1 mL 溶液含钠(Na)1 mg	称量 1.271 g 于 $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 600\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的氯化钠,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铌(Nb)	1 mL 溶液含铌(Nb)1 mg	称量 0.143 g 经乳钵研细的五氧化二铌和 4 g 粉末状的焦硫酸钾,二者分层放入石英坩埚中,于 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧熔融,取出冷却,用 150 g/L 酒石酸溶液 20 mL 加热溶解。全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

表 1(续)

名称	溶液浓度	制备方法
镍(Ni)	1 mL 溶液含镍(Ni)1 mg	1. 称量 3.365 g 硫酸镍铵 $[\text{NiSO}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 2.239 g 硫酸镍 $(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ 或 2.393 g 硫酸镍 $(\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属镍,溶于少量硝酸中,水浴上蒸发近干,加入 1+1 盐酸溶液 5 mL,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 20 mL 溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铍(Be)	1 mL 溶液含铍(Be)1 mg	称量 1.965 g 硫酸铍 $(\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$,溶于水,加 1 mL 硫酸,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铅(Pb)	1 mL 溶液含铅(Pb)1 mg	1. 称量 0.799 g 硝酸铅,加 1+9 硝酸溶液 50 mL 溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铅,溶于 1+2 硝酸溶液中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
砷(As)	1 mL 溶液含砷(As)1 mg	称量 0.660 g 于硫酸干燥器中干燥至质量恒定的三氧化二砷,温热溶于 100 g/L 氢氧化钠溶液 6 mL 中,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
锶(Sr)	1 mL 溶液含锶(Sr)1 mg	称量 1.521 g 氯化锶 $(\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铊(Tl)	1 mL 溶液含铊(Tl)1 mg	称量 0.587 g 氯化亚铊,溶于 25 mL 硫酸,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
钛(Ti)	1 mL 溶液含钛(Ti)1 mg	1. 称量 0.834 g 二氧化钛,加 5 g~8 g 焦硫酸钾,于 600 ℃灼烧熔融,冷却,用 1+35 硫酸溶液溶解,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 2.147 g 三氯化钛溶液(150 g/L),加 2+1 盐酸溶液 20 mL,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
锑(Sb)	1 mL 溶液含锑(Sb)1 mg	称量 1.371 g 酒石酸锑钾 $(\text{C}_4\text{H}_4\text{K}_2\text{O}_6\text{Sb} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O})$,溶于 1+3 盐酸溶液中,全部转移至 500 mL 容量瓶中,用 1+3 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。
铁(Fe)	1 mL 溶液含铁(Fe)1 mg	1. 称量 4.317 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加 1+6 硫酸溶液 25 mL,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铁(99.5 %以上),加入 15 mL 盐酸溶解,滴加 3 %过氧化氢 3~5 滴,加热,将溶液蒸发至体积约为 10 mL。冷却后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铜(Cu)	1 mL 溶液含铜(Cu)1 mg	1. 称量 1.965 g 硫酸铜 $(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铜,溶于硝酸中,水浴上蒸发近干,加入 5 mL 盐酸,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 20 mL 溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
钨(W)	1 mL 溶液含钨(W)1 mg	称量 0.631 g 预先于 105 ℃~110 ℃干燥 1 h 的三氧化钨,加 200 g/L 氢氧化钠溶液 30 mL~40 mL,加热溶解,冷却,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 注:可用钨酸铵在 400 ℃~500 ℃灼烧 20 min 分解后生成的三氧化钨制备。
硒(Se)	1 mL 溶液含硒(Se)1 mg	称量 0.703 g 二氧化硒,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

表 1(续)

名称	溶液浓度	制备方法
锡(Sn)	1 mL 溶液含锡(Sn)1 mg	1. 称量 0.190 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加少量水润湿,加 2+1 盐酸溶液溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属锡,溶于 1+1 盐酸溶液中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用 1+1 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。
锌(Zn)	1 mL 溶液含锌(Zn)1 mg	1. 称量 0.622 g 氧化锌,溶于 10 mL 水及 5 mL 硫酸中,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 2.199 g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属锌,溶于盐酸中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
铟(In)	1 mL 溶液含铟(In)1 mg	称量 0.100 g 高纯金属铟,加 1+1 盐酸溶液 15 mL,加热溶解,冷却,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
银(Ag)	1 mL 溶液含银(Ag)1 mg	称量 0.157 g 硝酸银,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色瓶中。
锗(Ge)	1 mL 溶液含锗(Ge)1 mg	称量 0.100 g 高纯金属锗,加热溶于 30 %过氧化氢 3 mL~5 mL 中,逐滴加入氨水至白色沉淀溶解,用 1+4 硫酸溶液中和并过量 0.5 mL,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.2 非金属元素杂质标准溶液的制备

除有特殊规定外,此杂质标准溶液(见表 2)制备后应贮存于玻璃瓶中。

表 2 非金属元素杂质标准贮备溶液的制备

名称	溶液浓度	制备方法
氮(N)	1 mL 溶液含氮(N)1 mg	1. 称量 0.382 g 于 100 ℃~105 ℃干燥至质量恒定的氯化铵,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
		2. 称量 0.607 g 硝酸钠,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
碘(I)	1 mL 溶液含碘(I)1 mg	称量 0.131 g 碘化钾,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色瓶中。
氟(F)	1 mL 溶液含(F)1 mg	称量 0.221 g 氟化钠,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。
硅(Si)	1 mL 溶液含硅(Si)1 mg	称量 0.214 g 二氧化硅,置于铂坩埚中,加 1 g 无水碳酸钠,混匀。于 1 000 ℃加热至完全熔融,冷却,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。
磷(P)	1 mL 溶液含磷(P)1 mg	称量 0.439 g 磷酸二氢钾,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
硫(S)	1 mL 溶液含硫(S)1 mg	1. 称量 0.544 g 硫酸钾,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
		2. 称量 0.749 g 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色玻璃瓶中。此标准溶液使用前制备。如需标定参见附录 A。
氯(Cl)	1 mL 溶液含氯(Cl)1 mg	1. 称量 3.970 g 氯胺 T($\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),置于 100 mL 容量瓶中,溶于水,稀释至刻度,摇匀。
		2. 称量 0.165 g 于 500 ℃~600 ℃灼烧至质量恒定的氯化钠,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

表 2(续)

名称	溶液浓度	制备方法
硼(B)	1 mL 溶液含硼(B)1 mg	称量 0.572 g 硼酸,加 50 mL 水,温热溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
碳(C)	1 mL 溶液含碳(C)1 mg	称量 0.883 g 于 270 ℃~300 ℃灼烧至质量恒定的无水碳酸钠,溶于无二氧化碳的水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。
溴(Br)	1 mL 溶液含溴(Br)1 mg	称量 0.149 g 溴化钾,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色瓶中。

5.3 铵根和酸根杂质标准溶液的制备

除有特殊规定外,此杂质标准溶液(见表 3)制备后应贮存于玻璃瓶中。

表 3 铵根和酸根杂质标准贮备溶液的制备

名称	溶液浓度	制备方法
铵(NH ₄)	1 mL 溶液含铵(NH ₄)1 mg	称量 1.483 g 于 105 ℃~110 ℃干燥至质量恒定的氯化铵,溶于水,全部转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
草酸盐(C ₂ O ₄)	1 mL 溶液含草酸盐(以 C ₂ O ₄ 计)1 mg	称量 0.143 g 草酸(C ₂ H ₂ O ₄ ·2H ₂ O),溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
碘酸盐(IO ₃)	1 mL 溶液含碘酸盐(以 IO ₃ 计)1 mg	称量 0.131 g 碘酸钾,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色瓶中。
铬酸盐(CrO ₄)	1 mL 溶液含铬酸盐(以 CrO ₄ 计)1 mg	称量 0.167 g 于 105 ℃~110 ℃干燥 1 h 的铬酸钾,溶于含有 100 g/L 氢氧化钠溶液 1 滴的少量水中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
硅酸盐(SiO ₃)	1 mL 溶液含硅酸盐(以 SiO ₃ 计)1 mg	称量 0.790 g 二氧化硅,置于铂坩锅中,加 2.6 g 无水碳酸钠,混匀。于 1000 ℃加热至完全熔融,冷却,溶于水,全部转移至 1000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。
磷酸盐(PO ₄)	1 mL 溶液含磷酸盐(以 PO ₄ 计)1 mg	称量 0.143 g 磷酸二氢钾,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
硫代硫酸盐(S ₂ O ₃)	1 mL 溶液含硫代硫酸盐(以 S ₂ O ₃ 计)1 mg	称量 0.221 g 硫代硫酸钠(Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O),溶于煮沸过的水中,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用煮沸过的水稀释至刻度,摇匀。
硫氰酸盐(SCN)	1 mL 溶液含硫氰酸盐(以 SCN 计)1 mg	称量 0.131 g 硫氰酸铵,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
硫酸盐(SO ₄)	1 mL 溶液含硫酸盐(以 SO ₄ 计)1 mg	1. 称量 0.148 g 于 105 ℃~110 ℃干燥至质量恒定的无水硫酸钠,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.181 g 硫酸钾,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
六氟合硅酸盐(SiF ₆)	1 mL 溶液含六氟合硅酸盐(以 SiF ₆ 计)1 mg	称量 30 %~32 %六氟合硅酸 mg,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液贮存于聚乙烯瓶中。 六氟合硅酸质量按下式计算: $m=\frac{1.0141\times 0.1000}{w}$ 式中: m——六氟合硅酸的质量的数值,单位为克(g); w——六氟合硅酸的实际质量分数,数值以(%)表示; 0.1000——配制 100 mL 六氟合硅酸杂质标准溶液所需六氟合硅酸的质量的数值,单位为克(g)。 制备前应按本部分附录 B 中 B.1 规定的方法测定六氟合硅酸的含量。

表 3(续)

名称	溶液浓度	制备方法
六氰合铁(Ⅱ)酸盐 [Fe(CN) ₆]	1 mL 溶液含六氰合铁(Ⅱ)酸盐〔以 Fe(CN) ₆ 计〕1 mg	称量 0.199 g 六氰合铁(Ⅱ)酸钾{K ₄ [Fe(CN) ₆]·3H ₂ O}, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。
氯酸盐(ClO ₃)	1 mL 溶液含氯酸盐(以 ClO ₃ 计)1 mg	称量 0.147 g 氯化钾, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。
碳酸盐(CO ₃)	1 mL 溶液含碳酸盐(以 CO ₃ 计)1 mg	称量 0.177 g 于 270 ℃~300 ℃灼烧至质量恒定的无水碳酸钠, 溶于无二氧化碳的水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用无二氧化碳的水稀释至刻度, 摇匀。
硝酸盐(NO ₃)	1 mL 溶液含硝酸盐(以 NO ₃ 计)1 mg	1. 称量 0.163 g 于 120 ℃~130 ℃干燥至质量恒定的硝酸钾, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。 2. 称量 0.137 g 硝酸钠, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。
溴酸盐(BrO ₃)	1 mL 溶液含溴酸盐(以 BrO ₃ 计)1 mg	称量 0.131 g 溴酸钾, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于棕色瓶中。
亚硝酸盐(NO ₂)	1 mL 溶液含亚硝酸盐(以 NO ₂ 计)1 mg	称量 0.150 g 亚硝酸钠, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。此溶液使用前制备。
乙酸盐(CH ₃ COO)	1 mL 溶液含乙酸盐(以 CH ₃ COO 计)1 mg	称量 2.305 g 乙酸钠(CH ₃ COONa·3H ₂ O), 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。
重铬酸盐(Cr ₂ O ₇)	1 mL 溶液含重铬酸盐(以 Cr ₂ O ₇ 计)1 mg	称量 0.136 g 重铬酸钾(K ₂ Cr ₂ O ₇), 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

5.4 以无机分子计的杂质标准溶液的制备

除有特殊规定外, 此杂质标准溶液(见表 4)制备后应贮存于玻璃瓶中。

表 4 以无机分子计的杂质标准储备溶液的制备

名称	溶液浓度	制备方法
碘化物(KI)	1 mL 溶液含碘化物(以 KI 计)1 mg	称量 0.100 g 碘化钾, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于棕色瓶中。
二硫化碳(CS ₂)	1 mL 溶液含二硫化碳(CS ₂)1 mg	称量 0.500 g 二硫化碳, 溶于四氯化碳, 全部转移至 500 mL 容量瓶中, 用四氯化碳稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液使用前制备。
二氧化硅(SiO ₂)	1 mL 溶液含二氧化硅(SiO ₂)1 mg	1. 称量 0.100 g 二氧化硅, 置于铂坩埚中, 加 1 g 无水碳酸钠, 混匀。于 1 000 ℃加热至完全熔融, 冷却, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。 2. 称量 0.100 g 预先于 900 ℃灼烧至质量恒定的硅酸, 溶于 30 g/L 氢氧化钠溶液 8 mL 中, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。
二氧化碳(CO ₂)	1 mL 溶液含二氧化碳(CO ₂) 1 mg 或含(C) 0.27 mg	称量 0.240 g 于 270 ℃~300 ℃灼烧至质量恒定的无水碳酸钠, 溶于无二氧化碳的水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用无二氧化碳的水稀释至刻度, 摇匀。
氟化物(NaF)	1 mL 溶液含氟化物(以 NaF 计)1 mg	称量 0.100 g 氟化钠, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。

表 4(续)

名称	溶液浓度	制备方法
过氧化氢(H ₂ O ₂)	1 mL 溶液含过氧化氢 (H ₂ O ₂) 1 mg	<p>称量 30 %过氧化氢 <i>m</i>g,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。</p> <p>30 %过氧化氢质量按下式计算:</p> $m=\frac{0.1000}{w}$ <p>式中:</p> <p><i>m</i>——30 %过氧化氢的质量的数值,单位为克(g);</p> <p><i>w</i>——30 %过氧化氢的实际质量分数,数值以 %表示;</p> <p>0.100 0—— 配制 100 mL 过氧化氢杂质标准溶液所需过氧化氢的质量的数值,单位为克(g)。</p> <p>制备前应按本部分附录 B 中 B.2 规定的方法测定 30 %过氧化氢的含量。</p>
硫化物(Na ₂ S)	1 mL 溶液含硫化物 (以 Na ₂ S 计)1 mg	称量 0.308 g 硫化钠(Na ₂ S·9H ₂ O),溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色玻璃瓶中。此标准溶液使用前制备。
氯化物(NaCl)	1 mL 溶液含氯化物 (以 NaCl 计)1 mg	称量 0.100 g 于 500 ℃~600 ℃灼烧至质量恒定的氯化钠,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

附 录 A
(资料性附录)
硫杂质标准溶液的标定

以 5.2 表 2 中方法 2 制备的硫(S)杂质标准溶液,如有需要可按以下方法标定:

在 250 mL 碘量瓶中加入 10 mL 的 1 mol/L 乙酸锌溶液,移取 10.00 mL 待标定的硫[硫化物(以 S 计)]杂质标准溶液及 20.00 mL 的碘标准溶液[$c(1/2I_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$],用水稀释至 60 mL,加入 5 mL 的(1+5)硫酸溶液,密塞水封,摇匀。在暗处放 5 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]滴定至溶液呈淡黄色时,加入 1 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色刚好消失为止。同时以 10 mL 水代替硫杂质标准溶液做空白试验。

硫杂质标准溶液中硫含量以硫(S)的质量浓度 ρ 计,数值以(mg/mL)表示,按公式(A. 1)计算:

$$\rho = \frac{(V_0 - V_1)cM}{10} \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

- V_1 ——滴定硫杂质标准溶液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_0 ——滴定试剂空白溶液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);
- c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液($Na_2S_2O_3$)浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——硫(1/2S)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=16.03$)。

附录 B

(规范性附录)

两种溶液的含量测定方法

B.1 六氟合硅酸(氟硅酸)含量测定

称取 3 g 六氟合硅酸(氟硅酸),精确至 0.000 2 g,置于聚乙烯杯中,加 100 mL 水,10 mL 饱和氯化钾溶液及 10 g/L 酚酞指示液 3 滴,冷却至 0℃,用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) \approx 1 \text{ mol/L}$] 滴定至粉红色,保持 15 s 不退色即为终点,记录氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V_1)。然后加热至 80℃,继续用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) \approx 1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈稳定的粉红色,再记录此时氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V_2)。

六氟合硅酸含量以六氟合硅酸(H_2SiF_6)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(B.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_2 - V_1) \times 10^{-3} cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

V_1 ——滴定至第一终点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 ——滴定至第二终点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);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液(NaOH)浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——六氟合硅酸($1/4\text{H}_2\text{SiF}_6$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=36.02$)。

B.2 30%过氧化氢含量测定

量取 30%过氧化氢 1.8 mL(约 2 g),注入具塞锥形瓶中,称量,精确至 0.000 2 g。全部转移至 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。量取其中 25.00 mL,加 20%硫酸溶液 10 mL,用高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s。

30%过氧化氢含量以 30%过氧化氢的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(B.2)计算:

$$w_2 = \frac{V \times 10^{-3} cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

式中:

V ——滴定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);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液($1/5\text{KMnO}_4$)浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——量取 30%过氧化氢的质量的数值,单位为克(g);

M ——过氧化氢($1/2\text{H}_2\text{O}_2$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=17.01$)。

附录 C
 (资料性附录)

以有机分子计的杂质标准溶液的制备方法

C.1 以有机分子计的杂质标准溶液的制备

除有特殊规定外,此杂质标准溶液(见表 C.1)制备后应贮存于玻璃瓶中。

表 C.1 以有机分子计的杂质标准贮备溶液的制备

名称	溶液浓度	制备方法
丙酮(CH ₃ COCH ₃)	1 mL 溶液含丙酮 (CH ₃ COCH ₃)1 mg	称量 1.000 g 丙酮,溶于水,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。
酚(C ₆ H ₅ OH)	1 mL 溶液含酚 (C ₆ H ₅ OH)1 mg	称量 0.100 g 苯酚,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
甲醇(CH ₃ OH)	1 mL 溶液含甲醇 (CH ₃ OH)1 mg	称量 1.000 g 甲醇,溶于水,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。
甲醛(HCHO)	1 mL 溶液含甲醛 (HCHO)1 mg	称量 <i>m</i> g 甲醛溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。 甲醛溶液质量按下式计算: $m = \frac{0.1000}{w}$ 式中: <i>m</i> ——甲醛溶液的质量的数值,单位为克(g); <i>w</i> ——甲醛溶液的实际质量分数,数值以(%)表示; 0.100 0——配制 100 mL 甲醛标准溶液所需甲醛的质量的数值,单位为克(g)。 制备前应按本部分附录 C 中 C.2 规定的方法测定甲醛的含量。
糠醛(C ₅ H ₄ O ₂)	1 mL 溶液含糠醛 (C ₅ H ₄ O ₂)1 mg	称量 0.100 g 糠醛,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
葡萄糖(C ₆ H ₁₂ O ₆ ·H ₂ O)	1 mL 溶液含葡萄糖 (C ₆ H ₁₂ O ₆ ·H ₂ O) 1 mg	称量 0.100 g 葡萄糖,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
水杨酸(HOC ₆ H ₄ COOH)	1 mL 溶液含水杨酸 (HOC ₆ H ₄ COOH) 1 mg	称量 0.100 g 水杨酸,加少量水和 1 mL 冰乙酸,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
缩二脲(NH ₂ CONHCONH ₂)	1 mL 溶液含缩二脲 (NH ₂ CONHCONH ₂) 1 mg	称量 0.100 g 缩二脲,溶于水,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。
羰基化合物(CO)	1 mL 溶液含羰基 化合物(以 CO 计) 1 mg	称量 10.43 g 丙酮(相当 5.000 g CO)置于含有 50 mL 无羰基甲醇的 100 mL 容量瓶中,用无羰基甲醇稀释至刻度,摇匀。移取 2.00 mL 此溶液于 100 mL 容量瓶中,用无羰基甲醇稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。

表 C. 1(续)

名称	溶液浓度	制备方法
乙醛	1 mL 溶液含乙醛 (CH ₃ CHO)1 mg	称量 40 %乙醛溶液 <i>m</i> g, 置于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液使用前制备。 40 %乙醛质量按下式计算: $m = \frac{0.1000}{w}$ 式中: <i>m</i> ——40 %乙醛的质量的数值, 单位为克(g); <i>w</i> ——40 %乙醛的实际质量分数, 数值以 % 表示; 0.1000——配制 100 mL 乙醛标准溶液所需乙醛的质量的数值, 单位为克(g)。 制备前应按本部分附录 C 中 C. 3 规定的方法测定 30 %过氧化氢的含量。
乙酸酐	1 mL 溶液含乙酸酐 [(CH ₃ CO) ₂ O] 1 mg	称量 0.100 g 乙酸酐, 用无乙酸酐的冰乙酸溶解, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用无乙酸酐的冰乙酸稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液使用前制备。 注: 无乙酸酐的冰乙酸可将冰乙酸回流半小时蒸馏制得。

C. 2 甲醛溶液含量测定

C. 2. 1 亚硫酸钠溶液[*c*(Na₂SO₃)≈1 mol/L]配制

称取 126 g 亚硫酸钠, 溶于水, 稀释至 1 000 mL, 加 1 g/L 百里香酚酞指示液 3 滴, 用(1+30)硫酸溶液中性和至无色。

C. 2. 2 测定

量取 3 mL 甲醛溶液, 精确至 0.000 2 g, 加入 50 mL 亚硫酸钠溶液(C. 2. 1)中, 用硫酸标准滴定溶液[*c*(1/2H₂SO₄)≈1.000 mol/L]滴定至溶液由蓝色变为无色。

甲醛含量以甲醛(HCHO)的质量分数 *w*₃ 计, 数值以 % 表示, 按公式(C. 1)计算:

$$w_3 = \frac{V \times 10^{-3} cM}{m} \times 100 \quad \text{..... (C. 1)}$$

式中:

V——滴定所消耗的硫酸标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c——硫酸标准滴定溶液(1/2H₂SO₄)浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

m——量取甲醛溶液的质量的数值, 单位为克(g);

M——甲醛(HCHO)摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)(*M*=30. 03)。

C. 3 40 %乙醛溶液含量测定

量取 50.00 mL 氯化羟胺溶液[*c*(NH₂OH·HCl)≈2 mol/L]注入具塞锥形瓶中, 称量, 加入 1.5 mL 的 40 %乙醛溶液, 放置 30 min, 再称量, 两次称量均精确至 0.000 2 g, 加 10 滴溴酚蓝指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液[*c*(NaOH)≈1 mol/L]滴定至蓝紫色, 同时做空白试验。

空白试验是量取 50.00 mL 氯化羟胺溶液[*c*(NH₂OH·HCl)≈2 mol/L], 加入 30 mL 水, 与样品同时同样操作。

40 %乙醛含量以乙醛(CH₃CHO)的质量分数 *w*₄ 计, 数值以 % 表示, 按公式(C. 2)计算:

$$w_4 = \frac{(V_1 - V_2) \times 10^{-3} cM}{m} \times 100 \quad \text{..... (C. 2)}$$

式中：

V_1 ——滴定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 ——空白试验滴定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)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液(NaOH)浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)；

M ——乙醛(CH_3CHO)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=44.05$)。
