

ICS 71.060.01;71.060.99

G 10

备案号:10941~10943—2002

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3696.1~3696.3—2002

无机化工产品

化学分析用标准滴定溶液、杂质标准 溶液和制剂及制品的制备

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

目 次

前言	43
1 范围	45
2 引用标准	45
3 一般规定	45
4 制备方法	45
4.1 制剂	45
4.2 制品	47
4.3 试剂溶液	47
4.4 缓冲溶液	52
4.5 指示剂及指示液	53
附录 A(提示的附录) 汉语拼音索引	56

备案号: 10943—2002

HG/T 3696.3—2002

前 言

本标准是非等效采用美国材料试验协会标准 ASTM E 200—1997《化学分析用标准溶液和试剂溶液的配制、标定和贮存》中试剂溶液的配制的有关内容,并根据国内无机化工产品分析的需要而制定的。

本标准与 ASTM E 200—1997 相比有如下差异。

——制剂增设了九项;

——增设了制品;

——试剂溶液中增设了五十项;

——缓冲溶液中增设了十项;

——指示剂及指示液中增设了二十九项。

——将所列制剂及制品分为 5 类:制剂、制品、试剂溶液、缓冲溶液、指示剂及指示液,并分别说明制备过程。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会技术归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:王彦。

本标准为首次发布。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

无机化工产品 化学分析用试剂及制品的制备

HG/T 3696.3—2002

Inorganic chemical products
Preparations of reagent solutions for chemical analysis

1 范围

本标准规定了无机化工产品的试验方法中所用试剂、制品、试剂溶液、缓冲溶液、指示剂及指示液的制备方法。

本标准适用于无机化工产品试验方法中所需试剂及制品的制备,也可供其他化工产品标准选用。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和实验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 9733—1988 化学试剂 碳基化合物测定通用方法

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/T 6682 中三级水规格。

3.2 本标准中所用试剂的纯度应在分析纯以上。

3.3 “ V_1+V_2 ”符号是指体积为 V_1 的特定溶液被加入到体积为 V_2 的溶剂中。

3.4 如果浓度以单位质量和体积表示,则浓度表示为克每升(g/L)。

3.5 当溶液出现混浊、沉淀、颜色变化或超过规定限时应重新制备。

3.6 除另有说明外,本标准中的溶液均指水溶液,稀释是指用水冲稀。

3.7 本标准中所用未加说明的乙醇为体积分数为 95% 的乙醇(市售)。

4 制备方法

4.1 试剂

4.1.1 无二氧化碳的水

将水注入烧瓶中,煮沸 10 min,立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧,放置冷却。使用期为一周。

4.1.2 无氧的水

将水注入烧瓶中,煮沸 1 h 后立即用装有玻璃导管的胶塞塞紧,导管与盛有 100 g/L 焦性没食子酸碱性溶液的洗瓶连接,冷却。使用期为两天。

4.1.3 无氨的水

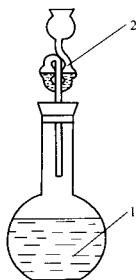
取 2 份强碱性阴离子交换树脂及 1 份强酸性阳离子交换树脂,依次填充于直径 3 cm、长 50 cm 的交换柱中,将水以 3~5 mL/min 的流速通过交换柱。使用期为一周。

中华人民共和国国家经济贸易委员会 2002-09-28 批准

2003-06-01 实施

4.1.4 无氨的氢氧化钠溶液

将所需浓度的氢氧化钠溶液注入烧瓶中,煮沸 30 min,用装有体积分数为 20% 的硫酸溶液的安全漏斗(环颈 双球)的胶塞塞紧(如图 1),冷却,用无氨的水稀释至原体积。

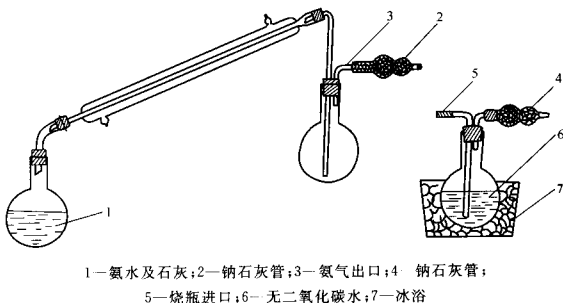


1—氢氧化钠; 2—安全漏斗(环颈 双球)

图 1

4.1.5 无碳酸盐的氨水

取 500 mL 氨水,注入 1 000 mL 圆底烧瓶中,加入预先消化 10.0 g 生石灰所得的石灰浆,混匀,将烧瓶与冷凝器连接(如图 2),放置 18~20 h。将钠石灰管(2)摘下,再将氨气出口(3)用橡皮管与另一装有约 200 mL 无二氧化碳的水的烧瓶进口(5)连接,外部用冰冷却。将氨水和石灰浆的混合液用水浴加热,将氨蒸出直至制得的氨水密度达 0.9 g/mL 左右。



1—氨水及石灰;2—钠石灰管;3—氨气出口;4—钠石灰管;

5—烧瓶进口;6—无二氧化碳水;7—冰浴

图 2

4.1.6 饱和二氧化硫溶液

将二氧化硫气体在常温 15~25℃ 下通入水中,至饱和为止。使用前制备。

4.1.7 饱和硫化氢水

将硫化氢气体通入无二氧化碳的水中,至饱和为止。使用前配制。

4.1.8 王水

将 1 体积的硝酸缓缓注入 3 体积的盐酸中,混合均匀,使用时配制。

4.1.9 无羰基的甲醇

量取 2 000 mL 甲醇,注入 2 500 mL 蒸馏瓶中,加 10.0 g 2,4-二硝基苯肼和 0.5 mL 盐酸,在水浴上回流 2 h,加热蒸馏,弃去最初的 50 mL 蒸馏液,收集馏出液贮存于棕色具塞瓶中。

按以上方法制备的无羰基的甲醇,按 GB/T 9733 的规定测定,羰基含量不得大于 0.001%。

4.1.10 无醛的乙醇

量取 2 000 mL 乙醇,注入 2 500 mL 蒸馏瓶中,加 10.0 g 2,4-二硝基苯肼和 0.5 mL 盐酸,在水浴上回流 2 h,加热蒸馏,弃去最初的 50 mL 蒸馏液,收集馏出液贮存于棕色具塞瓶中。

取 5 mL 按上述方法制备的无醛的乙醇,加 5 mL 水,冷却至 20℃,加 2 mL 品红-亚硫酸溶液,放置 10 min,应无明显红色。

4.2 制品

4.2.1 乙酸铅棉花

取脱脂棉花,用 50 g/L 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶液浸透后,除去过多的溶液,晾干,保存于密闭的瓶中。

4.2.2 无钙镁的氯化钠

将一体积的优级纯氯化钠的饱和溶液与一体积的无水乙醇混合,不断搅拌至不再出结晶,抽滤,于 105~110℃ 烘干,备用。

4.2.3 淀粉-碘化钾试纸

于 100 mL 新配制的 10 g/L 淀粉溶液中,加 0.20 g 碘化钾,将无灰滤纸放入该溶液中浸透,取出于暗处晾干。保存于密闭的棕色瓶中。

4.2.4 溴化汞试纸

称取 1.25 g 溴化汞,溶于 25 mL 乙醇中,将无灰滤纸放入该溶液中浸泡 1 h,取出于暗处晾干,保存于密闭的棕色瓶中。

4.3 试剂溶液

4.3.1 乙二胺四乙酸二钠-镁溶液 $[c(\text{EDTA-Mg})=0.01 \text{ mol/L}]$

取 25 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液 $[c(\text{EDTA})\approx 0.02 \text{ mol/L}]$ 与 25 mL 氯化镁 $[c(\text{MgCl}_2)\approx 0.02 \text{ mol/L}]$ 混合均匀后,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲($\text{pH}=10$)和少量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠溶液 $[c(\text{EDTA})\approx 0.02 \text{ mol/L}]$ 或氯化镁 $[c(\text{MgCl}_2)\approx 0.02 \text{ mol/L}]$ 调节至溶液恰呈纯蓝色或紫色。

4.3.2 乙酸溶液

乙酸溶液(质量分数为 5%):48 mL 冰乙酸与 961 mL 水混匀。

乙酸溶液(质量分数为 30%):量取 298 mL 冰乙酸与 731 mL 水混匀。

4.3.3 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2g/L)

称取 0.20 g 乙二醛缩双邻氨基酚(钙试剂),溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.3.4 乙酸铅(碱)溶液

称取 5.0 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 和 15.0 g 氢氧化钠,溶于 80 mL 水中,稀释至 100 mL。

4.3.5 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(1 g/L)

称取 0.10 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂),溶于水,稀释至 100 mL。使用期为一个月。

4.3.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液

称取 0.5 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,溶于 100 mL 吡啶。此溶液贮存于棕色瓶中,放在阴凉处,一周内有效。

4.3.7 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺三氯甲烷溶液

称取 0.25 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用少量三氯甲烷溶解,加入 1.8 g 三乙胺,用三氯甲烷稀释至 100 mL。静置过夜,过滤,贮存于密闭的棕色瓶中。放在阴凉处,一周内有效。

4.3.8 二甲基乙二醛肟氢氧化钠溶液(10 g/L)

称取 1.0 g 二甲基乙二醛肟(镍试剂),溶于 50 g/L 氢氧化钠溶液中,用 50 g/L 氢氧化钠溶液稀释至 100 mL。

4.3.9 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉溶液 [$c[(C_6H_5)_2C_{12}H_8N_2]=0.001\text{ mol/L}$]

称取 0.033 2 g 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉溶液,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.3.10 孔雀石绿溶液 (2 g/L)

称取 0.20 g 孔雀石绿,溶于水,稀释至 100 mL。

4.3.11 双硫脲三氯甲烷(或四氯化碳)溶液 (0.01 g/L)

称取 0.001 0 g 双硫脲,溶于三氯甲烷(或四氯化碳)中,用三氯甲烷(或四氯化碳)稀释至 100 mL。贮存于棕色玻璃瓶中。使用期为两周。

4.3.12 达旦黄溶液 (0.5 g/L)

称取 0.050 g 达旦黄,溶于水,稀释至 100 mL。

4.3.13 纳氏试剂

称取 145.0 g 氢氧化钠,溶于 700 mL 水中,冷却。

称取 50.0 g 碘化汞和 40.0 g 碘化钾,溶于 200 mL 水中。将此溶液倾入上述氢氧化钠溶液中,稀释至 1 000 mL,静置,取上层清液使用。

按以上方法制备的纳氏试剂应符合下述要求:取 0.005 mg 氮(N)杂质标准溶液,稀释至 100 mL,加 2 mL 纳氏试剂,其颜色应深于空白颜色。

4.3.14 玫红三羧酸铵溶液 (0.5 g/L)

称取 0.25 g 玫红三羧酸铵(铝试剂)和 5.0 g 阿拉伯胶,加 250 mL 水,温热至溶解,加 87.0 g 乙酸铵,溶解后,加质量分数为 15% 盐酸溶液 145 mL,稀释至 500 mL。必要时过滤,使用期为一个月。

4.3.15 苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液 (1 g/L)

称取 0.10 g 苯基邻氨基苯甲酸,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.3.16 苯甲酰苯基羟胺溶液 (20 g/L)

称取 2.0 g 苯甲酰苯基羟胺(钼试剂),溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.3.17 苯基荧光酮溶液 (0.1 g/L)

称取 0.010 g 苯基荧光酮(苯芴酮),溶于适量温热的乙醇中,加质量分数为 20% 盐酸溶液 1 mL,用乙醇稀释至 100 mL。

4.3.18 氢氧化钾-乙醇溶液

称取 30 g 氢氧化钾,溶于 30 mL 水中,用无醛的乙醇稀释至 1 000 mL。放置 24 h,取清液使用。

4.3.19 氢氧化钾-甲醇溶液

将 330 g/L 氢氧化钾溶液 15.0 mL 与 50 mL 无羰基的甲醇溶液混合。使用期为两周。

4.3.20 氨水溶液

氨水溶液(质量分数为 2.5%):量取 103 mL 氨水与 898 mL 水混匀。

氨水溶液(质量分数为 10%):量取 400 mL 氨水与 601 mL 水混匀。

4.3.21 盐酸溶液

盐酸溶液(质量分数为 5%):量取 117 mL 盐酸与 895 mL 水混匀。

盐酸溶液(质量分数为 10%):量取 240 mL 盐酸与 776 mL 水混匀。

盐酸溶液(质量分数为 15%):量取 370 mL 盐酸与 651 mL 水混匀。

盐酸溶液(质量分数为 20%):量取 504 mL 盐酸与 516 mL 水混匀。

4.3.22 盐酸苯胍溶液 (10 g/L)

称取 1 g 盐酸苯胍,溶于水,稀释至 100 mL。使用前制备。

4.3.23 铁-亚铁混合液

称取 10.0 g 硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ 和 1.0 g 硫酸铁铵 $[NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$,溶于水,加质量分数为 20% 硫酸溶液 5 mL,稀释至 100 mL。

4.3.24 淀粉-碘化钾溶液

溶液Ⅰ:称取2.0 g可溶性淀粉与20 mL水混合,注入200 mL沸水中,加10.0 g氯化锌,溶解。

溶液Ⅱ:称取0.50 g金属锌粉和1.0 g碘,加10 mL水,搅拌至黄色消失,过滤。将滤液煮沸,冷却。

将溶液Ⅱ注入冷却后的溶液Ⅰ中,混匀,稀释至500 mL。贮存于棕色瓶中,使用期为一周。

量取1 mL按以上方法制备的淀粉-碘化锌溶液,加50 mL水、1+5硫酸溶液3 mL,混匀,溶液应不得呈现蓝色。溶液中加入1滴碘酸钾溶液 $[c(1/6\text{KIO}_3)=0.01\text{ mol/L}]$,混匀,应立即产生蓝色。

4.3.25 混合碱

将2体积的100 g/L氢氧化钠溶液与1体积的100 g/L无水碳酸钠溶液混合均匀。

4.3.26 1,10-菲罗啉(邻菲罗啉)溶液

1,10-菲罗啉溶液(2 g/L):称取0.20 g 1,10-菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)或1,10-菲罗啉盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$),加少量水振摇至溶解(必要时加热),稀释至100 mL。

1,10-菲罗啉溶液(5 g/L):称取0.50 g 1,10-菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)或[1,10-菲罗啉盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)],溶于pH≈3的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,用pH≈3的乙酸-乙酸钠缓冲溶液,稀释至100 mL。

4.3.27 铬天青S混合液

溶液Ⅰ:称取0.50 g十六烷基三甲基溴化铵,溶于水,稀释至100 mL。

溶液Ⅱ:称取0.040 g铬天青S,加5 mL乙醇溶解,稀释至100 mL。

量取10 mL溶液Ⅰ及50 mL溶液Ⅱ,稀释至100 mL。

4.3.28 铬酸溶液(100 g/L)

称取100.0 g三氧化铬,溶于质量分数为35%硫酸溶液中,用质量分数为35%硫酸溶液稀释至1 000 mL。

4.3.29 偏钒酸铵溶液(2.5 g/L)

称取2.5 g偏钒酸铵,溶于500 mL沸水中,加20 mL硝酸,冷却,稀释至1 000 mL。贮存于聚乙烯瓶中。

4.3.30 氯化亚锡溶液

氯化亚锡盐酸溶液(4 g/L):称取0.4 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于干燥的烧杯中,溶于50 mL盐酸,稀释至100 mL。使用期为2周。

氯化亚锡盐酸溶液(20 g/L):称取2.0 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于干燥的烧杯中,用少量盐酸溶解(必要时加热),用盐酸稀释至100 mL。使用期为两周。

氯化亚锡溶液(5 g/L):称取0.50 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于干燥的烧杯中,溶于1 mL盐酸(必要时加热),稀释至100 mL。使用期为两周。

氯化亚锡-抗坏血酸溶液:称取0.50 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于干燥的烧杯中,溶于8 mL盐酸,稀释至50 mL,加0.7 g抗坏血酸,摇匀。使用时配制。

氯化亚锡溶液(400 g/L):称取40.0 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于干燥的烧杯中,溶于40 mL盐酸,稀释至100 mL。使用期为两周。

4.3.31 三氯化铁溶液(100 g/L)

称取10.0 g三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于1+9盐酸溶液中,用1+9盐酸溶液稀释至100 mL。

4.3.32 硝酸溶液

硝酸溶液(质量分数为13%):量取150 mL硝酸与863 mL水混匀。

硝酸溶液(质量分数为20%):量取240 mL硝酸与780 mL水混匀。

硝酸溶液(质量分数为25%):量取308 mL硝酸与715 mL水混匀。

4.3.33 硝酸银溶液(17 g/L)

称取1.70 g硝酸银,溶于水,稀释至100 mL。贮存于棕色试剂瓶中,避光保存。

4.3.34 硫化铵溶液

量取 100 mL 无二氧化碳的氨水,通入硫化氢气体至溶液变为黄色。

4.3.35 硫酸溶液

硫酸溶液(质量分数为 0.5%);量取 2.8 mL 硫酸,缓慢注入 978 mL 水中,冷却,混匀。

硫酸溶液(质量分数为 5%);量取 29 mL 硫酸,缓慢注入 966 mL 水中,冷却,混匀。

硫酸溶液(质量分数为 20%);量取 128 mL 硫酸,缓慢注入 889 mL 水中,冷却,混匀。

硫酸溶液(质量分数为 40%);量取 294 mL 硫酸,缓慢注入 752 mL 水中,冷却,混匀。

4.3.36 硫酸铜溶液(20 g/L)

称取 2 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),溶于水,加两滴硫酸,稀释至 100 mL。

4.3.37 硫酸亚铁溶液(50 g/L)

称取 5.0 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于适量水中,加 10 mL 硫酸,稀释至 100 mL。

4.3.38 硫酸亚铁铵溶液(100 g/L)

称取 10.0 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于适量水中,加 10 mL 硫酸,稀释至 100 mL。

4.3.39 硫酸锰混合液

称取 67.0 g 硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$),溶于 500 mL 水中,加 138 mL 磷酸及 130 mL 硫酸,稀释至 1 000 mL。

4.3.40 硫酸银溶液(10 g/L)

称取 1.0 g 硫酸银,溶于质量分数为 40%硫酸溶液 50 mL 中,稀释至 100 mL。

4.3.41 硫酸钾乙醇溶液

取 0.020 g 硫酸钾,溶于体积分数为 30%乙醇溶液中,用体积分数为 30%乙醇稀释至 100 mL。

4.3.42 紫脲酸铵溶液(0.5 g/L)

称取 0.050 g 紫脲酸铵,溶于水,稀释至 100 mL。此溶液使用前制备。

4.3.43 溴溶液 $[c(1/2\text{Br}_2)=0.1 \text{ mol/L}]$ **4.3.43.1 配制**

称取 25.0 g 溴化钾,溶于 150 mL 水,加 1.2~1.3 mL(4 g)溴,稀释至 500 mL,贮存于塑料瓶中。

4.3.43.2 标定

移取 25.00 mL 上述溶液,注入 250 mL 碘量瓶中,加 2.0 g 碘酸钾及 30 mL 水,待碘酸钾溶解后,于暗处放置 5 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时,加 10 g/L 淀粉指示液 3 mL,继续滴定至溶液蓝色消失。

溴溶液的浓度按式(1)计算:

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

式中: $c(1/2\text{Br}_2)$ ——溴溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——滴定到终点时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——标定所量取溴溶液的体积, mL。

4.3.44 碱性品红-亚硫酸溶液

称取 0.20 g 碱性品红,溶于 120 mL 热水中,冷却,加 20 mL 亚硫酸钠溶液[或 2.0 g 亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)],加 20 mL 水溶解,加 2 mL 盐酸,稀释至 200 mL,放置 1 h。

按以上方法制备的碱性品红-亚硫酸溶液应符合下述要求:取 0.005 mg 醛杂质标准溶液,稀释至 20 mL,加 2 mL 碱性品红-亚硫酸溶液,摇匀,在 15~20℃放置 10 min,所呈红色应深于空白颜色。

4.3.45 碳酸铵溶液

称取 200.0 g 碳酸铵,溶于水,加 80 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.3.46 靛蓝二磺酸钠溶液 $[c(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=0.001\text{ mol/L}]$ **4.3.46.1 配制**

称取 m g [由式(3)计算所得]靛蓝二磺酸钠(靛蓝胭脂红),加 1+5 硫酸溶液 2 mL 溶解,稀释至 1 000 mL。使用期为 10 天。

4.3.46.2 标定

称取 0.20 g 预先在 105℃干燥至恒重的靛蓝二磺酸钠(精确至 0.000 2 g),溶于 30 mL 水,加 1 mL 硫酸,稀释至 600 mL,用高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(1/5KMnO_4)=0.1\text{ mol/L}]$ 滴定至溶液由绿色变为淡黄色。

靛蓝二磺酸钠含量按式(2)计算:

$$w = \frac{Vc \times 0.1166}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: w ——靛蓝二磺酸钠的质量分数, %;

V ——滴定到终点时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——靛蓝二磺酸钠质量, g;

0.1166——与 1.00 mL 高锰酸钾标准溶液 $[c(1/5KMnO_4)=1.000\text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的靛蓝二磺酸钠的质量。

制备靛蓝二磺酸钠溶液 $[c(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=0.001\text{ mol/L}]$ 所需靛蓝二磺酸钠质量按式(3)计算:

$$m = \frac{0.4664}{w} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m ——靛蓝二磺酸钠质量, g;

w ——靛蓝二磺酸钠质量分数, %;

0.4664——配制 1 000 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 $[c(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=0.001\text{ mol/L}]$ 所需靛蓝二磺酸钠的质量, g。

4.3.47 磷试剂甲

称取 5.0 g 钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$,溶于水,稀释至 100 mL。

4.3.48 磷试剂乙

称取 0.20 g 对氨基苯酚硫酸盐,溶于 100 mL 水中,加 20.0 g 偏重亚硫酸钠,溶解,贮存于棕色具塞瓶中,使用期为两周。

4.3.49 磷酸二氢钠溶液(200 g/L)

称取 20.0 g 磷酸二氢钠 $(NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O)$,溶于水,加 20%硫酸溶液 1 mL,稀释至 100 mL。

4.3.50 喹钼柠酮溶液

溶液 1: 称取 70 g 钼酸钠,溶于 150 mL 水中。

溶液 2: 称取 60 g 柠檬酸,溶于 150 mL 水和 85 mL 硝酸的混合液中。

溶液 3: 边搅拌边将溶液 1 缓慢加入溶液 2 中。

溶液 4: 在 35 mL 硝酸和 100 mL 水的混合液中加入 5 mL 喹啉。

溶液 5: 将溶液 4 加入溶液 3 中,搅拌均匀,放置 24 h,过滤,滤液中加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

安全提示: 此溶液要保存于聚乙烯瓶中。此溶液中含丙酮,不得靠近火焰使用。操作中如要加热或煮沸必须在通风橱中操作。

4.3.51 四苯硼钠溶液

四苯硼钠溶液(15 g/L):称取 15 g 四苯硼钠[NaB(C₆H₅)₄]溶于 960 mL 水中,加 400 g/L 氢氧化钠溶液 4 mL 和 100 g/L 氯化镁(MgCl₂·6H₂O)溶液 20 mL,搅拌 15 min,放置 24 h 后用滤纸过滤,溶液贮存在棕色瓶或聚乙烯瓶中,在一个月內如发现浑浊,使用前应过滤。

四苯硼钠溶液(10 g/L):称取 10 g 四苯硼钠[NaB(C₆H₅)₄]于 500 mL 烧杯中,加水约 300 mL 使之溶解,加入 2 g 氢氧化铝或三氯化铝(溶液如有色需加 2 g 活性炭脱色)搅拌 10 min,用慢速滤纸过滤。滤液在开始时如呈浑浊,再过滤,直至清亮为止。全部滤液收集于 1 000 mL 容量瓶中,加入 200 g/L 氢氧化钠溶液 2 mL,稀释至刻度,混匀,静置 48 h,备用。

四苯硼钠洗涤液(1.5 g/L):用 10 份体积水稀释 1 份体积 15 g/L 四苯硼钠溶液。

四苯硼钠洗涤液(1 g/L):用 10 份体积水稀释 1 份体积 10 g/L 四苯硼钠溶液。

4.3.52 四苯硼钠乙醇溶液(34 g/L)

称取 3.4 g 四苯硼钠,溶于 100 mL 无水乙醇中,过滤。

4.3.53 四苯硼钾乙醇饱和溶液

4.3.53.1 四苯硼钾的制备

称取 0.2 g 碳酸钾(精确至 0.001 g)。溶于 300 mL 水中,加入 5 滴甲基红指示液,用 1+9 乙酸溶液调至红色,于水浴上加热至 40℃,在搅拌下加入 45 mL 四苯硼钠乙醇溶液,放置 10 min,取下,冷至室温。用清洁的滤板孔径为 5~15 μm 的坩埚式过滤器抽滤,用 5% 的乙醇溶液洗涤,转移沉淀,抽干、取下坩埚式过滤器,用 10 mL 无水乙醇分三次沿坩埚式过滤器壁洗涤,抽干。

4.3.53.2 四苯硼钾乙醇饱和溶液

将制得的四苯硼钾,加入 50 mL 乙醇,950 mL 水,充分振荡使之饱和。使用前干过滤。

4.3.54 硫化钠溶液

方法一:称取硫化钠 5 g,在 10 mL 水及 30 mL 丙三醇的混合溶液中溶解。

方法二:称取氢氧化钠 5 g,在 30 mL 水和 90 mL 甘油的混合溶液中溶解。将一半体积的溶液边冷却边通入硫化氢气体使之饱和,然后将剩下的一半加入混合。

此溶液应遮光、加盖密闭保存于棕色瓶。配制后三个月内有效。

4.3.55 马钱子碱溶液(50 g/L)

称取 5.0 g 马钱子碱,溶于冰乙酸中,用冰乙酸稀释至 100 mL。

4.4 缓冲溶液

4.4.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈3)

称取 0.8 g 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O),溶于水,加 5.4 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

4.4.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4)

称取 54.4 g 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O),溶于水,加 92 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

4.4.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4.5)

称取 164 g 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O),溶于水,加 84 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

4.4.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4~5)

称取 68.0 g 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O),溶于水,加 28.6 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

4.4.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈6)

称取 100 g 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O),溶于水,加 5.7 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

4.4.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4~5)

称取 38.5 g 乙酸铵,溶于水,加 28.6 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

4.4.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈6.5)

称取 59.8 g 乙酸铵,溶于水,加 1.4 mL 冰乙酸,稀释至 200 mL。

4.4.8 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)

称取 54.0 g 氯化铵,溶于水,加 350 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.4.9 氨-氯化铵缓冲溶液乙(pH≈10)

称取 26.7 g 氯化铵,溶于水,加 36 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.4.10 柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液(pH5.5~6.0)

称取 270 g 二水柠檬酸钠与 24 g 一水柠檬酸,溶于水中,并稀释至 1 000 mL,混匀。

4.4.11 调节总离子浓度的缓冲溶液(TISAB)

量取约 500 mL 水置于 1 000 mL 烧杯中,加入 57 mL 冰乙酸、58 g 氯化钠和 12 g 二水柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),搅拌、溶解。将烧杯放入冰水浴中,用 pH 计测定溶液的 pH 值,边搅拌边缓慢注入约 6 mol/L 的氢氧化钠溶液(需加约 125 mL),使溶液 pH 值为 5.0~5.5。冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.5 指示剂及指示液

4.5.1 二甲酚橙指示液(2 g/L)

称取 0.20 g 二甲酚橙,溶于水,稀释至 100 mL。使用期为 10 天。

4.5.2 二苯胺磺酸钠指示液(5 g/L)

称取 0.50 g 二苯胺磺酸钠,溶于水,稀释至 100 mL。

4.5.3 二苯基偶氮碳酰肼指示液(0.25 g/L)

称取 0.025 g 二苯基偶氮碳酰肼,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.4 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚(PAR),溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.5 甲基百里香酚蓝指示剂

将 1.0 g 甲基百里香酚蓝与 100.0 g 硝酸钾,混匀,研细。

4.5.6 甲基红指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 甲基红,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.7 甲基红-次甲基蓝混合指示液

将一体积的 1 g/L 次甲基蓝乙醇溶液与两体积 1 g/L 甲基红乙醇溶液混合。

4.5.8 甲基橙指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 甲基橙,溶于 70℃ 的水中,冷却,稀释至 100 mL。

4.5.9 甲基紫指示液(0.5 g/L)

称取 0.050 g 甲基紫,溶于水,稀释至 100 mL。

4.5.10 对硝基酚指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 对硝基酚,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.11 百里香酚酞指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 百里香酚酞,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.12 百里香酚蓝指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 百里香酚蓝,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.13 邻甲苯酚酞指示液(4 g/L)

称取 0.40 g 邻甲苯酚酞,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.14 邻甲苯酚酞络合指示剂-萘酚绿 B 混合指示剂

称取 0.10 g 邻甲苯酚酞络合指示剂、0.16 g 萘酚绿 B 及 30.0 g 氯化钠,混匀,研细。

4.5.15 邻联甲苯胺指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 邻联甲苯胺,加 10 mL 盐酸及少量水溶解,稀释至 100 mL。

4.5.16 饱和 2,4-二硝基酚指示液

2,4-二硝基酚的饱和水溶液。

4.5.17 荧光素指示液(5 g/L)

称取 0.50 g 荧光素(荧光黄或荧光红),溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.18 结晶紫指示液(5 g/L)

称取 0.50 g 结晶紫,溶于冰乙酸中,用冰乙酸稀释至 100 mL。

4.5.19 淀粉指示液(10 g/L)

称取 1.0 g 淀粉,加 5 mL 水使成糊状,在搅拌下将糊状物加到 90 mL 沸腾的水中,煮沸 1~2 min,冷却,稀释至 100 mL。使用期为两周。

4.5.20 1,10-菲罗啉-亚铁指示液

称取 0.70 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于 70 mL 水中,加 2 滴硫酸,加 1.5 g 1,10-菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)[或 1.76 g 1,10-菲罗啉盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)],溶解后,稀释至 100 mL。使用前制备。

4.5.21 酚酞指示液(10 g/L)

称取 1.0 g 酚酞,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.22 铬黑 T 指示剂

称取 10 g 于(105 ± 5)℃下烘干 2 h 的氯化钠,置于研钵内,加入 0.1 g 铬黑 T 研细、混匀。置于称量瓶中,于干燥器中保存。使用期为三个月。

4.5.23 铬黑 T 指示液(5 g/L)

称取 0.50 g 铬黑 T 和 2.0 g 盐酸羟胺,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。此溶液使用前制备。

4.5.24 硫酸铁铵指示液(80 g/L)

称取 8.0 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于水中(加几滴硫酸),稀释至 100 mL。

4.5.25 紫脲酸铵指示剂

称取 10 g 于(105 ± 5)℃下烘干 2 h 的氯化钠,置于研钵内,加入 0.5 g 紫脲酸铵研细、混匀。置于称量瓶中,于干燥器中保存。

4.5.26 溴百里香酚蓝指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 溴百里香酚蓝,溶于乙醇(体积分数为 50%),用乙醇(体积分数为 50%)稀释至 100 mL。

4.5.27 溴甲酚绿指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 溴甲酚绿,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.28 溴甲酚绿-甲基红指示液

将 1 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液与 2 g/L 甲基红乙醇溶液按 3+1 体积比混合,摇匀。

4.5.29 溴酚蓝指示液(0.4 g/L)

称取 0.040 g 溴酚蓝,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

4.5.30 曙红钠盐指示液(5 g/L)

称取 0.50 g 曙红钠盐,溶于水,稀释至 100 mL。

4.5.31 二氯荧光黄指示液(1 g/L)

将 0.1 g 的二氯荧光黄溶于 60~70 mL 的乙醇中,再用水稀释至 100 mL。

4.5.32 钙试剂羧酸钠盐指示剂

称取 10 g 于(105 ± 5)℃下烘干 2 h 的氯化钠,置于研钵内,加入 0.1 g 钙试剂羧酸钠盐研细、混匀。置于称量瓶中,于干燥器中保存。使用期为两个月。

4.5.33 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示液(KB 指示液)

称取 0.3 g 酸性铬蓝 K 和 0.1 g 萘酚绿 B,溶解于水中,稀释至 100 mL。

4.5.34 邻苯氨基苯甲酸溶液(1 g/L)

称取 0.2 g 无水碳酸钠溶于 100 mL 水中,再加入 0.1 g 邻苯氨基苯甲酸,溶解。

4.5.35 亚铁-邻菲罗啉指示液

称取 0.7 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)置于烧杯中,加入 6 mL 硫酸溶液[$c(1/2)\text{H}_2\text{SO}_4=0.1\text{ mol/L}$],再加入 1.5 g 邻菲罗啉振摇溶解后,再加入硫酸溶液稀释至 100 mL。

4.5.36 红紫酸铵指示剂

称取 20 g 于 $(105\pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h 的氯化钠,置于研钵内,加入 0.1 g 红紫酸铵研细、混匀。置于称量瓶中,于干燥器中保存。使用期为三个月。

附 录 A

(提示的附录)

汉语拼音索引

A

an	氨水溶液	4.3.20
	氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)	4.4.8
	氨-氯化铵缓冲溶液乙(pH≈10)	4.4.9

B

bai	百里香酚蓝指示液(1 g/L)	4.5.12
	百里香酚酞指示液(1 g/L)	4.5.11
bao	饱和 2,4-二硝基酚指示液	4.5.16
	饱和二氧化硫溶液	4.1.6
	饱和硫化氢水	4.1.7
ben	苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液(1 g/L)	4.3.15
	苯基荧光酮溶液(0.1 g/L)	4.3.17
	苯甲酰苯基羟胺溶液(20 g/L)	4.3.16

D

da	达旦黄溶液(0.5 g/L)	4.3.12
dian	淀粉-碘化钾试纸	4.2.3
	淀粉-碘化锌溶液	4.3.24
	淀粉指示液(10 g/L)	4.5.19
	靛蓝二磺酸钠溶液 $[c(C_{15}H_8N_8Na_2O_8S_2)=0.001 \text{ mol/L}]$	4.3.46
dui	对硝基酚指示液(1 g/L)	4.5.10

E

er	二苯胺磺酸钠指示液(5 g/L)	4.5.2
	4,7-二苯基-1,10-菲罗啉溶液 $\{c[(C_6H_5)_2C_{12}H_6N_2C_{24}H_{18}N_2]=0.001 \text{ mol/L}\}$	4.3.9
	二苯基偶氮碳酸酐指示液(0.25 g/L)	4.5.3
	二甲酚橙指示液(2 g/L)	4.5.1
	二甲基乙二醛肟氢氧化钠溶液(10 g/L)	4.3.8
	二氯荧光黄指示液(1 g/L)	4.5.31
	二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(1 g/L)	4.3.5
	二乙基二硫化氨基甲酸银-吡啶溶液	4.3.6
	二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液	4.3.7

F

fei	1,10-菲罗啉(邻菲罗啉)溶液	4.3.26
	1,10-菲罗啉-亚铁指示液	4.5.20

fen	酚酞指示液(10 g/L)	4.5.21
-----	---------------------	--------

G

gai	钙试剂羧酸钠指示剂	4.5.32
ge	铬黑 T 指示剂	4.5.22
	铬黑 T 指示液(5 g/L)	4.5.23
	铬酸溶液(100 g/L)	4.3.28
	铬天青 S 混合液	4.3.27

H

hong	红紫酸铵指示剂	4.5.36
hun	混合碱	4.3.25

J

jia	甲基百里香酚蓝指示剂	4.5.5
	甲基橙指示液(1 g/L)	4.5.8
	甲基红-次甲基蓝混合指示液	4.5.7
	甲基红指示液(1 g/L)	4.5.6
	甲基紫指示液(0.5 g/L)	4.5.9
jian	碱性品红-亚硫酸溶液	4.3.44
jie	结晶紫指示液(5 g/L)	4.5.18

K

kong	孔雀石绿溶液(2 g/L)	4.3.10
kui	喹钼柠酮溶液	4.3.50

L

lin	邻甲苯酚酞络合指示剂-萘酚绿 B 混合指示剂	4.5.14
	邻甲苯酚酞指示液(4 g/L)	4.5.13
	邻联甲苯胺指示液(1 g/L)	4.5.15
	邻苯氨基苯甲酸溶液(1 g/L)	4.5.34
	磷试剂甲	4.3.47
	磷试剂乙	4.3.48
	磷酸二氢钠溶液(200 g/L)	4.3.34
liu	硫化铵溶液	4.3.54
	硫化钠溶液	4.3.41
	硫酸钾乙醇溶液	4.3.41
	硫酸锰混合液	4.3.39
	硫酸溶液	4.3.35
	硫酸铁铵指示液(80 g/L)	4.5.24
	硫酸铜溶液(20 g/L)	4.3.36
	硫酸亚铁铵溶液(100 g/L)	4.3.38
	硫酸亚铁溶液(50 g/L)	4.3.37

lǚ	硫酸银溶液(10 g/L)	4.3.40
	三氯化铁溶液(100 g/L)	4.3.31
	氯化亚锡溶液	4.3.30

M

ma	马钱子碱溶液(50 g/L)	4.3.55
mei	玫红三羧酸铵溶液(0.5 g/L)	4.3.14

N

na	纳氏试剂	4.3.13
----	------------	--------

P

pi	4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚指示液(1 g/L)	4.5.4
pian	偏钒酸铵溶液(2.5 g/L)	4.3.29

Q

qing	氢氧化钾-甲醇溶液	4.3.19
	氢氧化钾-乙醇溶液	4.3.18

S

shu	曙红钠盐指示液(5 g/L)	4.5.30
shuang	双硫脲三氯甲烷(或四氯化碳)溶液(0.01 g/L)	4.3.11
si	四苯硼钾乙醇饱和溶液	4.3.53
	四苯硼钠溶液	4.3.51
	四苯硼钠乙醇溶液	4.3.52
suan	酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示液(KB 指示液)	4.5.33

T

tan	碳酸铵溶液	4.3.45
tiao	调节总离子浓度的缓冲溶液(TISAB)	4.4.11
tie	铁-亚铁混合液	4.3.23

W

wang	王水	4.1.8
wu	无氨的氢氧化钠溶液	4.1.4
	无氨的水	4.1.3
	无二氧化碳的水	4.1.1
	无钙及镁的氯化钠	4.2.2
	无醛的乙醇	4.1.10
	无碳酸盐的氨水	4.1.5
	无羰基的甲醇	4.1.9
	无氧的水	4.1.2

X

xiao	硝酸溶液	4.3.32
	硝酸银溶液(17 g/L)	4.3.33
xiu	溴百里香酚蓝指示液(1 g/L)	4.5.26
	溴酚蓝指示液(0.4 g/L)	4.5.29
	溴化汞试纸	4.2.4
	溴甲酚绿-甲基红指示液	4.5.28
	溴甲酚绿指示液(1 g/L)	4.5.27
	溴溶液[$c(\text{Br})=0.1 \text{ mol/L}$]	4.3.43

Y

ya	亚铁-邻菲罗啉指示液	4.5.35
yan	盐酸苯胂溶液(10 g/L)	4.3.22
	盐酸溶液	4.3.21
yi	乙二胺四乙酸二钠镁溶液[$c(\text{EDTA-Mg})=0.01 \text{ mol/L}$]	4.3.1
	乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2 g/L)	4.3.3
	乙酸铅(碱)溶液	4.3.4
	乙酸铅棉花	4.2.1
	乙酸溶液	4.3.2
	乙酸-乙酸铵缓冲溶液($\text{pH}4\sim5$)	4.4.6
	乙酸-乙酸铵缓冲溶液($\text{pH}\approx6$)	4.4.7
	乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}\approx3$)	4.4.1
	乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}\approx4$)	4.4.2
	乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}\approx4.5$)	4.4.3
	乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}4\sim5$)	4.4.4
	乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}\approx6$)	4.4.5
ying	荧光素指示液(5 g/L)	4.5.17

Z

zi	紫脲酸铵溶液(0.5 g/L)	4.3.42
	紫脲酸铵指示液	4.5.25