



中华人民共和国国家标准

GB/T 603—2002
代替 GB/T 603—1988

化 学 试 剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

Chemical reagent—
Preparations of reagent solutions for use in test methods

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—
Part 1: General test methods, NEQ)

2002-10-15 发布

2003-04-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学试剂 第一部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 603—1988《化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备》。

本标准与 GB/T 603—1988 相比主要变化如下:

- 取消了一般规定中“ V_1+V_2 ”符号及解释(1988年版的 3.4);
- 取消了对“浓度以量纲上不同的单位质量和体积表示”的规定(1988年版的 3.5);
- 取消了关于标准中“除另有说明外,标准中的溶液均指水溶液,稀释是指用水稀释”的规定(1988年版的 3.7);
- 取消了“中性丙三醇”(1988年版的 4.1.8);
- “双甲酮溶液”名称改为“双甲酮(醛试剂)溶液”(1988年版的 4.3.12;本版的 4.1.2.12);
- 增加了“乙酸溶液(质量分数为 6%)、硫酸溶液(质量分数为 35%)、溴甲酚紫指示液、二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液、乙酸铅试纸的制备方法”(本版的 4.1.2.2.2、4.1.2.38.4、4.1.4.32、4.1.4.33、4.2.2)。

本标准给出了汉语拼音索引。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位:北京化学试剂研究所、上海试剂一厂。

本标准主要起草人:关瑞宝、刘冬霓、强京林、郝玉林、王素芳。

本标准于 1965 年首次发布,1977 年第一次修订、1988 年第二次修订。

化 学 试 剂

试验方法中所用制剂及制品的制备

1 范围

本标准规定了化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备方法。

本标准适用于化学试剂分析中所需制剂及制品的制备,也可供其他行业选用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

GB/T 9733—1988 化学试剂 羰基化合物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

3 一般规定

3.1 本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液,应按 GB/T 601—2002、GB/T 602—2002 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水的规格。

3.2 当溶液出现浑浊、沉淀或颜色变化等现象时,应重新制备。

3.3 本标准中所用溶液以(%)表示的均指质量分数;只有“乙醇(95%)”中的(%)为体积分数。

4 制备方法

4.1 制剂

4.1.1 一般制剂

4.1.1.1 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,冷却。

4.1.1.2 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,导管与盛有焦性没食子酸碱性溶液(100 g/L)的洗瓶连接,冷却。

4.1.1.3 无氨的水

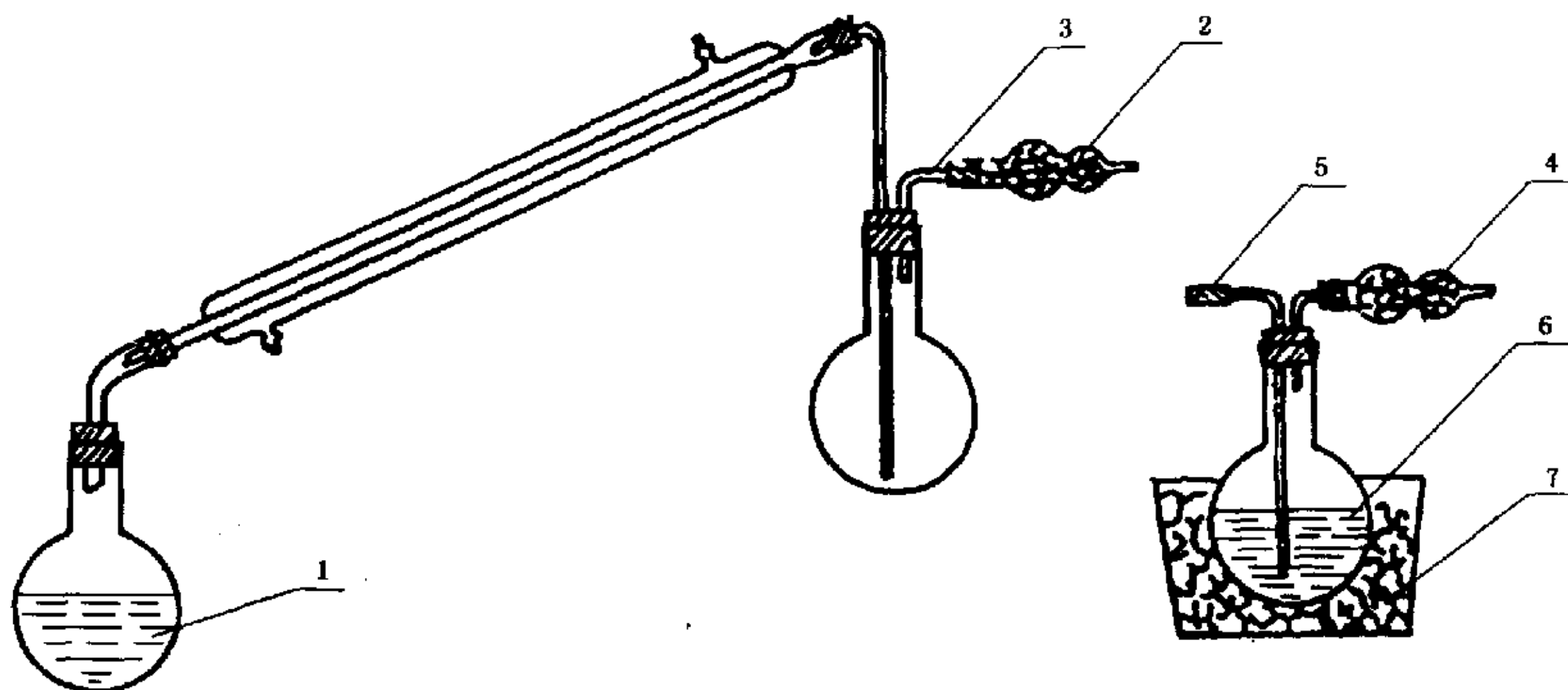
取 2 份强碱性阴离子交换树脂及 1 份强酸性阳离子交换树脂,依次填充于长 500 mm、内径 30 mm 的交换柱中,将水以 3 mL/min~5 mL/min 的流速通过交换柱。

4.1.1.4 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,用装有硫酸溶液(20%)的双球管的胶塞塞紧冷却,用无氨的水稀释至原体积。

4.1.1.5 无碳酸盐的氨水

量取 500 mL 氨水, 注入 1 000 mL 圆底烧瓶中, 加入预先消化 10 g 生石灰所得的石灰浆, 混匀, 将烧瓶与冷凝器连接(如图 1), 放置 18 h~20 h, 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, 外部用水冷却。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;
- 3——氨气出口;
- 4——钠石灰;
- 5——烧瓶进口;
- 6——无二氧化碳水;
- 7——冰。

图 1 无碳酸盐氨水的制备装置示意图

4.1.1.6 无羰基的甲醇

量取 2 000 mL 甲醇, 加 10 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瓶中。

按以上方法制备的无羰基的甲醇, 应符合下述要求: 按 GB/T 9733—1988 的规定测定, 羰基含量不得大于 0.001%。

4.1.1.7 无醛的乙醇

量取 2 000 mL 乙醇(95%), 加 10 g 2,4-二硝基苯肼及 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。贮存于棕色瓶中。

按以上方法制备的无醛的乙醇, 应符合下述要求: 取 5 mL 按上法制备的无醛的乙醇, 加 5 mL 水, 冷却至 20℃, 加 2 mL 碱性品红-亚硫酸溶液, 放置 10 min, 应无明显红色。

4.1.1.8 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。临用前制备。

4.1.1.9 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。

4.1.1.10 无钙及镁的氯化钠

将优级纯氯化钠的饱和溶液与同体积乙醇(无水乙醇)混合, 不断搅拌至不再出结晶, 抽滤, 于 105℃~110℃干燥后备用。

4.1.2 试液

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

称取 0.43 g 乙二胺四乙酸二钠镁,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.2.2 乙酸溶液

4.1.2.2.1 乙酸溶液(5%)

量取 48 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.2.2.2 乙酸溶液(6%)

量取 58 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.2.2.3 乙酸溶液(30%)

量取 298 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.2.3 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2 g/L)

称取 0.2 g 乙二醛缩双邻氨基酚(钙试剂),溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.4 乙酸铅(碱溶液)

称取 5 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 和 15 g 氢氧化钠,溶于 80 mL 水中,稀释至 100 mL。

4.1.2.5 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(1 g/L)

称取 0.1 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。

4.1.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液

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 三乙基胺,用三氯甲烷稀释至 100 mL。静置过夜,过滤,贮存于棕色瓶中。避光保存,使用期为一周。

4.1.2.7 二甲基乙二醛肟氢氧化钠溶液(10 g/L)

称取 1 g 二甲基乙二醛肟(镍试剂),溶于氢氧化钠溶液(50 g/L),用氢氧化钠溶液(50 g/L)稀释至 100 mL。

4.1.2.8 4,7-二苯基-1,10-菲啰啉溶液 $\{c[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2]=0.001 \text{ mol/L}\}$

称取 0.332 4 g 4,7-二苯基-1,10-菲啰啉,溶于乙醇(95%)中,用乙醇(95%)稀释至 1 000 mL。

4.1.2.9 2,4-二硝基苯肼溶液(1 g/L)

称取 0.1 g 2,4-二硝基苯肼,溶于 50 mL 无羰基的甲醇和 4 mL 盐酸,稀释至 100 mL。使用期为两周。

4.1.2.10 马钱子碱溶液(50 g/L)

称取 5 g 马钱子碱,溶于乙酸(冰醋酸),用乙酸(冰醋酸)稀释至 100 mL。

4.1.2.11 孔雀石绿溶液(2 g/L)

称取 0.2 g 孔雀石绿,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.2.12 双甲酮(醛试剂)溶液(50 g/L)

称取 5 g 双甲酮(醛试剂),溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.13 双硫脲三氯甲烷(或四氯化碳)溶液(0.01 g/L)

称取 0.010 g 双硫脲,溶于三氯甲烷(或四氯化碳),用三氯甲烷(或四氯化碳)稀释至 1 000 mL。使用期为两周。

4.1.2.14 达旦黄溶液(0.5 g/L)

称取 0.05 g 达旦黄,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.2.15 纳氏试剂

称取 50 g 红色碘化汞和 40 g 碘化钾,溶于 200 mL 水中,将此溶液倾入 700 mL 氢氧化钠溶液(210 g/L)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:取含 0.005 mg 氮(N)的杂质测定用标准溶液,稀释至 100 mL,加 2 mL 纳氏试剂,所呈黄色应深于空白。

4.1.2.16 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 g 阿拉伯胶,加 250 mL 水,温热溶解,加 87 g 乙酸铵,溶解后,加 145 mL 盐酸溶液(15%),稀释至 500 mL。必要时过滤,使用期为一个月。

4.1.2.17 苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液(1 g/L)

称取 0.1 g 苯基邻氨基苯甲酸,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.18 苯甲酰苯基羟胺溶液(20 g/L)

称取 2 g 苯甲酰苯基羟胺(钽试剂),溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.19 苯基荧光酮溶液(0.1 g/L)

称取 0.01 g 苯基荧光酮(苯芴酮),加适量乙醇(95%),温热溶解,加 1 mL 盐酸溶液(20%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.2.20 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,取上层清液使用。

4.1.2.21 氢氧化钾-甲醇溶液

取 15 mL 氢氧化钾溶液(330 g/L),加 50 mL 无羰基的甲醇,混匀。使用期为两周。

4.1.2.22 费林溶液

溶液 I:称取 34.7 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),溶于水,稀释至 500 mL。

溶液 II:称取 173 g 酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)和 50 g 氢氧化钠,溶于水,稀释至 500 mL。

使用时将溶液 I 与溶液 II 按同体积混合。

4.1.2.23 氨水溶液

4.1.2.23.1 氨水溶液(2.5%)

量取 103 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.23.2 氨水溶液(10%)

量取 400 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.24 盐酸溶液

4.1.2.24.1 盐酸溶液(5%)

量取 117 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.24.2 盐酸溶液(10%)

量取 240 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.24.3 盐酸溶液(15%)

量取 370 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.24.4 盐酸溶液(20%)

量取 504 mL 盐酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.25 盐酸苯肼溶液(10 g/L)

称取 1 g 盐酸苯肼,溶于水,稀释至 100 mL。临用前制备。

4.1.2.26 铁-亚铁混合液

称取 10 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 和 1 g 硫酸铁(III)铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加 5 mL 硫酸溶液(20%),稀释至 100 mL。

4.1.2.27 淀粉-碘化锌溶液

溶液 I:称取 2 g 可溶性淀粉与 20 mL 水混合,注入 200 mL 沸水中,加 10 g 氯化锌,溶解。

溶液 II:称取 0.5 g 金属锌粉和 1 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。

按以上方法制备的淀粉-碘化锌溶液,应符合下述要求:量取 1 mL 淀粉-碘化锌溶液,加 50 mL 水、

3 mL 硫酸溶液(1+5),混匀,溶液不得呈现蓝色。溶液中加入 1 滴碘酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{6}\text{KIO}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$],混匀,应立即产生蓝色。

4.1.2.28 混合碱

取 200 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),加 100 mL 无水碳酸钠溶液(100 g/L),混匀。

4.1.2.29 1,10-菲啰啉溶液

4.1.2.29.1 1,10-菲啰啉溶液(2 g/L)

称取 0.20 g 1,10-菲啰啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)[或 0.24 g 1,10-菲啰啉盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)],加少量水振摇至溶解(必要时加热),稀释至 100 mL。

4.1.2.29.2 1,10-菲啰啉溶液(5 g/L)

称取 0.5 g 1,10-菲啰啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)[或 0.6 g 1,10-菲啰啉盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)],溶于乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 3$)中,用乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 3$)稀释至 100 mL。

4.1.2.30 铬天青 S 混合液

溶液 I:称取 0.5 g 十六烷基三甲基溴化铵,溶于水,稀释至 100 mL。

溶液 II:称取 0.04 g 铬天青 S,加 5 mL 乙醇(95%)溶解,稀释至 100 mL。

取 10 mL 溶液 I 及 50 mL 溶液 II,稀释至 100 mL。

4.1.2.31 铬酸溶液(100 g/L)

称取 100 g 三氧化铬,溶于硫酸溶液(35%)中,用硫酸溶液(35%)稀释至 1 000 mL。

4.1.2.32 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。

4.1.2.33 氯化亚锡溶液

4.1.2.33.1 氯化亚锡盐酸溶液

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,加 50 mL 盐酸溶解,稀释至 100 mL。

4.1.2.33.2 氯化亚锡溶液(5 g/L)

称取 0.5 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于干燥的烧杯中,加 1 mL 盐酸溶解(必要时加热),稀释至 100 mL。

4.1.2.33.3 氯化亚锡-抗坏血酸溶液

称取 0.5 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于干燥的烧杯中,加 8 mL 盐酸溶解,稀释至 50 mL,加 0.7 g 抗坏血酸,摇匀。临用前制备。

4.1.2.33.4 氯化亚锡盐酸溶液(20 g/L)

称取 2 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。

4.1.2.33.5 氯化亚锡溶液(400 g/L)

称取 40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),置于干燥的烧杯中,加 40 mL 盐酸溶解,稀释至 100 mL。

4.1.2.34 三氯化铁溶液(100 g/L)

称取 10 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于盐酸溶液(1+9)中,用盐酸溶液(1+9)稀释至 100 mL。

4.1.2.35 硝酸溶液

4.1.2.35.1 硝酸溶液(13%)

量取 150 mL 硝酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.35.2 硝酸溶液(20%)

量取 240 mL 硝酸,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.35.3 硝酸溶液(25%)

量取 308 mL 硝酸, 稀释至 1 000 mL。

4.1.2.36 硝酸银溶液(17 g/L)

称取 1.7 g 硝酸银, 溶于水, 稀释至 100 mL。贮存于棕色瓶中。

4.1.2.37 硫化铵溶液

量取 100 mL 无碳酸盐的氨水, 通入硫化氢气体至溶液变为黄色。

4.1.2.38 硫酸溶液

4.1.2.38.1 硫酸溶液(0.5%)

量取 2.8 mL 硫酸, 缓缓注入约 700 mL 水中, 冷却, 稀释至 1 000 mL。

4.1.2.38.2 硫酸溶液(5%)

量取 29 mL 硫酸, 缓缓注入约 700 mL 水中, 冷却, 稀释至 1 000 mL。

4.1.2.38.3 硫酸溶液(20%)

量取 128 mL 硫酸, 缓缓注入约 700 mL 水中, 冷却, 稀释至 1 000 mL。

4.1.2.38.4 硫酸溶液(35%)

量取 244 mL 硫酸, 缓缓注入约 700 mL 水中, 冷却, 稀释至 1 000 mL。

4.1.2.38.5 硫酸溶液(40%)

量取 294 mL 硫酸, 缓缓注入约 700 mL 水中, 冷却, 稀释至 1 000 mL。

4.1.2.39 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。

4.1.2.40 硫酸亚铁溶液(50 g/L)

称取 5 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。

4.1.2.41 硫酸亚铁铵溶液(100 g/L)

称取 10 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。

4.1.2.42 硫酸锰溶液

称取 67 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。

4.1.2.43 硫酸银溶液(10 g/L)

称取 1 g 硫酸银, 溶于 50 mL 硫酸溶液(40%)中, 稀释至 100 mL。贮存于棕色瓶中。

4.1.2.44 硫酸钾乙醇溶液(0.2 g/L)

称取 0.2 g 硫酸钾, 溶于 700 mL 水中, 用乙醇(95%)稀释至 1 000 mL。

4.1.2.45 葛利斯试剂

溶液 I: 称取 0.1 g 甲萘胺, 加 100 mL 水, 煮沸使其溶解, 冷却, 加 3 mL 乙酸(冰醋酸), 摇匀。贮存于棕色瓶中。

溶液 II: 称取 1 g 无水对氨基苯磺酸, 溶于水, 稀释至 100 mL。

使用时将溶液 I 与溶液 II 按同体积混合。

4.1.2.46 紫脲酸铵溶液(0.5 g/L)

称取 0.05 g 紫脲酸铵, 溶于水, 稀释至 100 mL。临用前制备。

4.1.2.47 溴溶液 $[c(\frac{1}{2}\text{Br}_2)=0.1 \text{ mol/L}]$

4.1.2.47.1 配制

称取 50 g 溴化钾, 溶于 300 mL 水中, 加 2.5 mL~2.6 mL(约 8 g)溴, 稀释至 1 000 mL。

4.1.2.47.2 标定

量取 25.00 mL 上述溶液, 注入碘量瓶中, 加 2 g 碘化钾及 100 mL 水(15℃~20℃), 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 2 mL 淀粉指示液

(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

溴溶液的浓度 $[c(\frac{1}{2}\text{Br}_2)]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(1)计算:

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

式中:

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

V ——溴溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

4.1.2.48 碱性品红-亚硫酸溶液

亚硫酸钠溶液(100 g/L):称取 2 g 亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于 20 mL 水中。

称取 0.2 g 碱性品红,溶于 120 mL 热水中,冷却,加 20 mL 亚硫酸钠溶液(100 g/L),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:取含 0.005 mg 甲醛的杂质测定用标准溶液,稀释至 20 mL,加 2 mL 碱性品红-亚硫酸溶液,摇匀,在 15℃~20℃下放置 10 min,所呈红色应深于空白。

4.1.2.49 碳酸铵溶液

称取 200 g 碳酸铵,溶于水,加 80 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.1.2.50 靛蓝二磺酸钠溶液 $[c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001 \text{ mol/L}]$

4.1.2.50.1 配制

称取 m g 靛蓝二磺酸钠(靛蓝胭脂红),加 2 mL 硫酸溶液(1+5)溶解,稀释至 1 000 mL。使用期为十天。

制备靛蓝二磺酸钠溶液 $[c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001 \text{ mol/L}]$ 所需靛蓝二磺酸钠的质量 m ,单位以克(g)表示,按式(2)计算:

$$m = \frac{0.4664}{w} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w ——靛蓝二磺酸钠的质量分数的数值,以“%”表示。

4.1.2.50.2 靛蓝二磺酸钠的质量分数测定

称取 0.2 g 于 105℃~110℃干燥至恒重的靛蓝二磺酸钠,精确至 0.000 1 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 $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液由绿色变为淡黄色。

靛蓝二磺酸钠的质量分数 w ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w = \frac{VcM}{m_1 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——靛蓝二磺酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $[M(\frac{1}{4}\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=116.6]$;

m_1 ——靛蓝二磺酸钠的质量的准确数值,单位为克(g)。

4.1.2.51 磷试剂甲

称取 5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.2.52 磷试剂乙

称取 0.2 g 对甲氨基苯酚硫酸盐,溶于 100 mL 水中,加 20 g 偏重亚硫酸钠,溶解,贮存于棕色瓶中,使用期为两周。

4.1.2.53 磷酸二氢钠溶液(200 g/L)

称取 20 g 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,加 1 mL 硫酸溶液(20%),稀释至 100 mL。

4.1.3 缓冲溶液

4.1.3.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液

4.1.3.1.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 3$)

称取 0.8 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于水,加 5.4 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.3.1.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 4$)

称取 54.4 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于水,加 92 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.3.1.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 4.5$)

称取 164 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于水,加 84 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.3.1.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} 4 \sim 5$)

称取 68 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于水,加 28.6 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.3.1.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 6$)

称取 100 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于水,加 5.7 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.3.2 乙酸-乙酸铵缓冲溶液

4.1.3.2.1 乙酸-乙酸铵缓冲溶液($\text{pH} 4 \sim 5$)

称取 38.5 g 乙酸铵,溶于水,加 28.6 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 1 000 mL。

4.1.3.2.2 乙酸-乙酸铵缓冲溶液($\text{pH} \approx 6.5$)

称取 59.8 g 乙酸铵,溶于水,加 1.4 mL 乙酸(冰醋酸),稀释至 200 mL。

4.1.3.3 氨-氯化铵缓冲溶液

4.1.3.3.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲($\text{pH} \approx 10$)

称取 54 g 氯化铵,溶于水,加 350 mL 氨水,稀释至 1 000 mL。

4.1.3.3.2 氨-氯化铵缓冲溶液乙($\text{pH} \approx 10$)

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

4.1.4 指示剂及指示液

4.1.4.1 二甲酚橙指示液(2 g/L)

称取 0.2 g 二甲酚橙,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.4.2 二苯胺磺酸钠指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.4.3 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(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.4 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚(PAR),溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.5 甲基百里香酚蓝指示剂

称取 1 g 甲基百里香酚蓝和 100 g 硝酸钾,混匀,研细。

4.1.4.6 甲基红指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 甲基红,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.7 甲基红-亚甲基蓝混合指示液

溶液 I:称取 0.1 g 亚甲基蓝,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

溶液 II:称取 0.1 g 甲基红,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

取 50 mL 溶液 I、100 mL 溶液 II，混匀。

4.1.4.8 甲基橙指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 甲基橙，溶于 70℃ 的水中，冷却，稀释至 100 mL。

4.1.4.9 甲基紫指示液(0.5 g/L)

称取 0.05 g 甲基紫，溶于水，稀释至 100 mL。

4.1.4.10 对硝基酚指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 对硝基酚，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.11 百里香酚酞指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 百里香酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.12 百里香酚蓝指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 百里香酚蓝，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.13 邻甲苯酚酞指示液(4 g/L)

称取 0.4 g 邻甲苯酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.14 邻甲苯酚酞络合剂-萘酚绿 B 混合指示剂

称取 0.1 g 邻甲苯酚酞络合剂、0.16 g 萘酚绿 B 及 30 g 氯化钠，混匀，研细。

4.1.4.15 邻联甲苯胺指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 邻联甲苯胺，加 10 mL 盐酸及少量水溶解，稀释至 100 mL。

4.1.4.16 饱和 2,4-二硝基酚指示液

2,4-二硝基酚的饱和水溶液。

4.1.4.17 吡啶酮指示液(2 g/L)

溶液 I：称取 0.2 g 吡啶酮，溶于硫酸，用硫酸稀释至 100 mL。

溶液 II：称取 0.25 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，溶于 1 mL 水中，用硫酸稀释至 50 mL，搅拌，直至不再产生气泡。

使用前将 5.0 mL 溶液 II 加入到 2.5 mL 溶液 I 中，用硫酸稀释至 100 mL。

4.1.4.18 荧光素指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 荧光素(荧光黄或荧光红)，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.19 结晶紫指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 结晶紫，溶于乙酸(冰醋酸)中，用乙酸(冰醋酸)稀释至 100 mL。

4.1.4.20 淀粉指示液(10 g/L)

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

4.1.4.21 1,10-菲啰啉-亚铁指示液

称取 0.7 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-菲啰啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) [或 1.76 g 1,10-菲啰啉盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)]，溶解后，稀释至 100 mL。临用前制备。

4.1.4.22 酚酞指示液(10 g/L)

称取 1 g 酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.23 铬黑 T 指示剂

称取 1 g 铬黑 T 和 100 g 氯化钠，混合，研细。

4.1.4.24 铬黑 T 指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 铬黑 T 和 2 g 氯化羟胺(盐酸羟胺)，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。临用前制备。

4.1.4.25 硫酸铁(Ⅲ)铵指示液(80 g/L)

称取 8 g 硫酸铁(Ⅱ)铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于 50 mL 含几滴硫酸的水,稀释至 100 mL。

4.1.4.26 紫脲酸铵指示剂

称取 1 g 紫脲酸铵及 200 g 干燥的氯化钠,混匀,研细。

4.1.4.27 溴百里香酚蓝指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 溴百里香酚蓝,溶于 50 mL 乙醇(95%),稀释至 100 mL。

4.1.4.28 溴甲酚绿指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 溴甲酚绿,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.29 溴甲酚绿-甲基红指示液

溶液 I:称取 0.1 g 溴甲酚绿,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

溶液 II:称取 0.2 g 甲基红,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

取 30 mL 溶液 I、10 mL 溶液 II,混匀。

4.1.4.30 溴酚蓝指示液(0.4 g/L)

称取 0.04 g 溴酚蓝,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.31 曙红钠盐指示液(5 g/L)

称取 0.5 g 曙红钠盐,溶于水,稀释至 100 mL。

4.1.4.32 溴甲酚紫指示液(1 g/L)

称取 0.1 g 溴甲酚紫,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.33 二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液

称取 1 g 二甲基黄和 0.1 g 亚甲基蓝,溶于 125 mL 甲醇中。

4.2 制品

4.2.1 乙酸铅棉花

取脱脂棉花,用乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(50 g/L)浸透后,除去过多的溶液,于暗处晾干。贮存于棕色瓶中。

4.2.2 乙酸铅试纸

取适量无灰滤纸,用乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(50 g/L)浸透,取出于暗处晾干。贮存于棕色瓶中。

4.2.3 淀粉-碘化钾试纸

于 100 mL 新配制的淀粉溶液(10 g/L)中,加 0.2 g 碘化钾,将无灰滤纸放入该溶液中浸透,取出,于暗处晾干。贮存于棕色瓶中。

4.2.4 溴化汞试纸

称取 1.25 g 溴化汞,溶于 25 mL 乙醇(95%)。将无灰滤纸放入该溶液中浸泡 1 h,取出,于暗处晾干。贮存于棕色瓶中。

汉语拼音索引

A

氨水溶液	4.1.2.23
氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)	4.1.3.3.1
氨-氯化铵缓冲溶液乙(pH≈10)	4.1.3.3.2

B

百里香酚蓝指示液(1 g/L)	4.1.4.12
百里香酚酞指示液(1 g/L)	4.1.4.11
饱和 2,4-二硝基酚指示液	4.1.4.16
饱和二氧化硫溶液	4.1.1.8
饱和硫化氢水	4.1.1.9
苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液(1 g/L)	4.1.2.17
苯基荧光酮溶液(0.1 g/L)	4.1.2.19
苯甲酰苯基羟胺溶液(20 g/L)	4.1.2.18

D

达旦黄溶液(0.5 g/L)	4.1.2.14
淀粉-碘化钾试纸	4.2.3
淀粉-碘化锌溶液	4.1.2.27
淀粉指示液(10 g/L)	4.1.4.20
靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001 \text{ mol/L}$]	4.1.2.50
对硝基酚指示液(1 g/L)	4.1.4.10

E

二苯胺磺酸钠指示液(5 g/L)	4.1.4.2
4,7-二苯基-1,10-菲啰啉溶液 $\{c[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2]=0.001 \text{ mol/L}\}$	4.1.2.8
二苯基偶氮碳酰肼指示液(0.25 g/L)	4.1.4.3
二甲酚橙指示液(2 g/L)	4.1.4.1
二甲基乙二醛肟氢氧化钠溶液(10 g/L)	4.1.2.7
2,4-二硝基苯肼溶液(1 g/L)	4.1.2.9
二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(1 g/L)	4.1.2.5
二乙基二硫代氨基甲酸根-三乙基胺三氯甲烷溶液	4.1.2.6
二甲基黄-亚甲基蓝混合指示液	4.1.4.33

F

1,10-菲啰啉溶液	4.1.2.29
------------------	----------

1,10-菲啰啉-亚铁指示液	4.1.4.21
费林溶液	4.1.2.22
酚酞指示液(10 g/L)	4.1.4.22

G

葛利斯试剂	4.1.2.45
铬黑 T 指示剂	4.1.4.23
铬黑 T 指示液(5 g/L)	4.1.4.24
铬酸溶液(100 g/L)	4.1.2.31
铬天青 S 混合液	4.1.2.30

H

混合碱	4.1.2.28
-----------	----------

J

甲基百里香酚蓝指示剂	4.1.4.5
甲基橙指示液(1 g/L)	4.1.4.8
甲基红-亚甲基蓝混合指示液	4.1.4.7
甲基红指示液(1 g/L)	4.1.4.6
甲基紫指示液(0.5 g/L)	4.1.4.9
碱性品红-亚硫酸溶液	4.1.2.48
结晶紫指示液(5 g/L)	4.1.4.19

K

孔雀石绿溶液(2 g/L)	4.1.2.11
---------------------	----------

L

邻甲苯酚酞络合指示剂-萘酚绿 B 混合指示剂	4.1.4.14
邻甲苯酚酞指示液(4 g/L)	4.1.4.13
邻联甲苯胺指示液(1 g/L)	4.1.4.15
磷试剂甲	4.1.2.51
磷试剂乙	4.1.2.52
磷酸二氢钠溶液(200 g/L)	4.1.2.53
硫化铵溶液	4.1.2.37
硫酸钾乙醇溶液(0.2 g/L)	4.1.2.44
硫酸锰溶液	4.1.2.42
硫酸溶液	4.1.2.38
硫酸铁(Ⅱ)铵指示液(80 g/L)	4.1.4.25
硫酸铜溶液(20 g/L)	4.1.2.39
硫酸亚铁铵溶液(100 g/L)	4.1.2.41
硫酸银溶液(10 g/L)	4.1.2.43
氯化亚锡溶液	4.1.2.33
硫酸亚铁溶液(50 g/L)	4.1.2.40

M

马钱子碱溶液(50 g/L)	4.1.2.10
玫红三羧酸铵溶液(0.5 g/L)	4.1.2.16

N

纳氏试剂	4.1.2.15
------------	----------

P

4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚指示液(1 g/L)	4.1.4.4
偏钒酸铵溶液(2.5 g/L)	4.1.2.32

Q

氢氧化钾-甲醇溶液	4.1.2.21
氢氧化钾-乙醇溶液	4.1.2.20

S

曙红钠盐指示液(5 g/L)	4.1.4.31
双甲酮(醛试剂)溶液(50 g/L)	4.1.2.12
双硫脲三氯甲烷(或四氯化碳)溶液(0.01 g/L)	4.1.2.13
三氯化铁溶液(100 g/L)	4.1.2.34

T

碳酸铵溶液	4.1.2.49
铁-亚铁混合液	4.1.2.26

W

无氨的氢氧化钠溶液	4.1.1.4
无氨的水	4.1.1.3
无二氧化碳的水	4.1.1.1
无钙及镁的氯化钠	4.1.1.10
无醛的乙醇	4.1.1.7
无碳酸盐的氨水	4.1.1.5
无羰基的甲醇	4.1.1.6
无氧的水	4.1.1.2

X

硝酸溶液	4.1.2.35
硝酸银溶液(17 g/L)	4.1.2.36
溴百里香酚蓝指示液(1 g/L)	4.1.4.27
溴酚蓝指示液(0.4 g/L)	4.1.4.30
溴化汞试纸	4.2.4
溴甲酚绿-甲基红指示液	4.1.4.29

溴甲酚绿指示液(1 g/L).....	4.1.4.28
溴溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{Br}_2)=0.1\text{ mol/L}$]	4.1.2.47
溴甲酚紫指示液(1 g/L).....	4.1.4.32

Y

盐酸苯肼溶液(10 g/L)	4.1.2.25
盐酸溶液	4.1.2.24
乙二胺四乙酸二钠镁溶液 [$c(\text{EDTA-Mg})=0.01\text{ mol/L}$]	4.1.2.1
乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2 g/L)	4.1.2.3
乙酸铅(碱溶液).....	4.1.2.4
乙酸铅棉花.....	4.2.1
乙酸溶液.....	4.1.2.2
乙酸-乙酸钠缓冲溶液	4.1.3.1
乙酸-乙酸铵缓冲溶液	4.1.3.2
吡啶酮指示液(2 g/L).....	4.1.4.17
荧光素指示液(5 g/L).....	4.1.4.18
乙酸铅试纸.....	4.2.2

Z

紫脲酸铵溶液(0.5 g/L).....	4.1.2.46
紫脲酸铵指示剂	4.1.4.26