



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.1—2003
代替 GB/T 5009.1—1996

食品卫生检验方法 理化部分 总则

Methods of food hygienic analysis—
Physical and chemical section—General principles

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 5009.1—1996《食品卫生检验方法 理化部分 总则》

本标准与 GB/T 5009.1—1996 相比主要修改如下：

按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，于 1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

食品卫生检验方法 理化部分 总则

1 范围

本标准规定了食品卫生检验方法理化部分的检验基本原则和要求。

本标准适用于食品卫生检验方法理化部分。

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 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 5009.3—2003 食品中水分的测定
- GB/T 5009.6—2003 食品中脂肪的测定
- GB/T 5009.20—2003 食品中有机磷农药残留量的测定
- GB/T 5009.26—2003 食品中N-亚硝胺类的测定
- GB/T 5009.34—2003 食品中亚硫酸盐的测定
- GB/T 8170 数值修约规则
- JJF 1027 测量误差及数据处理

3 检验方法的一般要求

- 3.1 称取:用天平进行的称量操作,其准确度要求用数值的有效数位表示,如“称取 20.0 g……”指称量准确至 ± 0.1 g;“称取 20.00 g……”指称量准确至 ± 0.01 g。
- 3.2 准确称取:用天平进行的称量操作,其准确度为 ± 0.000 1 g。
- 3.3 恒量:在规定的条件下,连续两次干燥或灼烧后称定的质量差异不超过规定的范围。
- 3.4 量取:用量筒或量杯取液体物质的操作。
- 3.5 吸取:用移液管、刻度吸量管取液体物质的操作。
- 3.6 试验中所用的玻璃量器如滴定管、移液管、容量瓶、刻度吸管、比色管等所量取体积的准确度应符合国家标准对该体积玻璃量器的准确度要求。
- 3.7 空白试验:除不加试样外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量(滴定法中标准滴定液的用量除外),进行平行操作所得的结果。用于扣除试样中试剂本底和计算检验方法的检出限。

4 检验方法的选择

- 4.1 标准方法如有两个以上检验方法时,可根据所具备的条件选择使用,以第一法为仲裁方法。
- 4.2 标准方法中根据适用范围设几个并列方法时,要依据适用范围选择适宜的方法。在GB/T 5009.3、GB/T 5009.6、GB/T 5009.20、GB/T 5009.26、GB/T 5009.34中由于方法的适用范围不同,第一法与其他方法属并列关系(不是仲裁方法)。此外,未指明第一法的标准方法,与其他方法也属并列关系。

5 试剂的要求及其溶液浓度的基本表示方法

- 5.1 检验方法中所使用的水,未注明其他要求时,系指蒸馏水或去离子水。未指明溶液用何种溶剂配

制时,均指水溶液。

5.2 检验方法中未指明具体浓度的硫酸、硝酸、盐酸、氨水时,均指市售试剂规格的浓度(参见附录 C)。

5.3 液体的滴:系指蒸馏水自标准滴管流下的一滴的量,在 20℃时 20 滴约相当于 1 mL。

5.4 配制溶液的要求

5.4.1 配制溶液时所使用的试剂和溶剂的纯度应符合分析项目的要求。应根据分析任务、分析方法、对分析结果准确度的要求等选用不同等级的化学试剂。

5.4.2 试剂瓶使用硬质玻璃。一般碱液和金属溶液用聚乙烯瓶存放。需避光试剂贮于棕色瓶中。

5.5 溶液浓度表示方法

5.5.1 标准滴定溶液浓度的表示(参见附录 B),应符合 GB/T 601 的要求。

5.5.2 标准溶液主要用于测定杂质含量,应符合 GB/T 602 的要求。

5.5.3 几种固体试剂的混合质量份数或液体试剂的混合体积份数可表示为(1+1)、(4+2+1)等。

5.5.4 溶液的浓度可以质量分数或体积分数为基础给出,表示方法应是“质量(或体积)分数是 0.75”或“质量(或体积)分数是 75%”。质量和体积分数还能分别用 5 μg/g 或 4.2 mL/m³ 这样的形式表示。

5.5.5 溶液浓度可以质量、容量单位表示,可表示为克每升或以其适当分倍数表示(g/L 或 mg/mL 等)。

5.5.6 如果溶液由另一种特定溶液稀释配制,应按照下列惯例表示:

“稀释 $V_1 \rightarrow V_2$ ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液以某种方式稀释,最终混合物的总体积为 V_2 ;

“稀释 $V_1 + V_2$ ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液加到体积为 V_2 的溶液中(1+1)、(2+5)等。

6 温度和压力的表示

6.1 一般温度以摄氏度表示,写作℃;或以开氏度表示,写作 K(开氏度=摄氏度+273.15)。

6.2 压力单位为帕斯卡,表示为 Pa(kPa,MPa)。

1 atm = 760 mmHg

= 101 325 Pa = 101.325 kPa = 0.101 325 MPa(atm 为标准大气压,mmHg 为毫米汞柱)

7 仪器设备要求

7.1 玻璃量器

7.1.1 检验方法中所使用的滴定管、移液管、容量瓶、刻度吸管、比色管等玻璃量器均应按国家有关规范及规程进行检定校正。

7.1.2 玻璃量器和玻璃器皿应经彻底洗净后才能使用,洗涤方法和洗涤液配制参见附录 C。

7.2 控温设备

检验方法所使用的马弗炉、恒温干燥箱、恒温水浴锅等均应按国家有关规程进行测试和检定校正。

7.3 测量仪器

天平、酸度计、温度计、分光光度计、色谱仪等均应按国家有关规程进行测试和检定校正。

7.4 检验方法中所列仪器

为该方法所需要的主要仪器,一般实验室常用仪器不再列入。

8 样品的要求

8.1 采样应注意样品的生产日期、批号、代表性和均匀性(掺伪食品和食物中毒样品除外)。采集的数量应能反映该食品的卫生质量和满足检验项目对样品量的需要,一式三份,供检验、复验、备查或仲裁,一般散装样品每份不少于 0.5 kg。

8.2 采样容器根据检验项目,选用硬质玻璃瓶或聚乙烯制品。

8.3 液体、半流体饮食品如植物油、鲜乳、酒或其他饮料,如用大桶或大罐盛装者,应先充分混匀后再采

样。样品应分别盛放在三个干净的容器中。

8.4 粮食及固体食品应自每批食品上、中、下三层中的不同部位分别采取部分样品,混合后按四分法对角取样,再进行几次混合,最后取有代表性样品。

8.5 肉类、水产等食品应按分析项目要求分别采取不同部位的样品或混合后采样。

8.6 罐头、瓶装食品或其他小包装食品,应根据批号随机取样,同一批号取样品数,250 g 以上的包装不得少于6个,250 g 以下的包装不得少于10个。

8.7 掺伪食品和食物中毒的样品采集,要具有典型性。

8.8 检验后的样品保存:一般样品在检验结束后,应保留一个月,以备需要时复检。易变质食品不予保留,保存时应加封并尽量保持原状。检验取样一般皆系指取可食部分,以所检验的样品计算。

8.9 感官不合格产品不必进行理化检验,直接判为不合格产品。

9 检验要求

9.1 严格按照标准方法中规定的分析步骤进行检验,对试验中不安全因素(中毒、爆炸、腐蚀、烧伤等)应有防护措施。

9.2 理化检验实验室应实行分析质量控制。

9.3 检验人员应填写好检验记录。

10 分析结果的表述

10.1 测定值的运算和有效数字的修约应符合 GB/T 8170、JJF 1027 的规定,技术参数和数据处理见附录 A。

10.2 结果的表述:报告平行样的测定值的算术平均值,并报告计算结果表示到小数点后的位数或有效位数,测定值的有效数的位数应能满足卫生标准的要求。

10.3 样品测定值的单位应使用法定计量单位。

10.4 如果分析结果在方法的检出限以下,可以用“未检出”表述分析结果,但应注明检出限数值。

附 录 A
(规范性附录)
检验方法中技术参数和数据处理

A.1 灵敏度的规定

把标准曲线回归方程中的斜率(b)作为方法灵敏度(参照第 A.5 章),即单位物理量的响应值。

A.2 检出限

把 3 倍空白值的标准偏差(测定次数 $n \geq 20$)相对应的质量或浓度称为检出限。

A.2.1 色谱法(GC, HPLC)

设:色谱仪最低响应值为 $S=3N$ (N 为仪器噪音水平),则检出限按式(A.1)进行计算。

$$\text{检出限} = \frac{\text{最低相应值}}{b} = \frac{S}{b} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

b ——标准曲线回归方程中的斜率,响应值/ μg 或响应值/ ng ;

S ——为仪器噪音的 3 倍,即仪器能辨认的最小的物质信号。

A.2.2 吸光法和荧光法

按国际理论与应用化学家联合(IUPAC)规定。

A.2.2.1 全试剂空白响应值

全试剂空白响应值按式(A.2)进行计算。

$$X_L = \bar{X}_i + Ks \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

X_L ——全试剂空白响应值(按 3.7 操作以溶剂调节零点);

\bar{X}_i ——测定 n 次空白溶液的平均值($n \geq 20$);

s —— n 次空白值的标准偏差;

K ——根据一定置信度确定的系数。

A.2.2.2 检出限

检出限按式(A.3)进行计算。

$$L = \frac{X_L - \bar{X}_i}{b} = \frac{Ks}{b} \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中:

L ——检出限;

X_L 、 \bar{X}_i 、 K 、 s 、 b ——同式(A.2)注释;

K ——一般为 3。

A.3 精密度的

同一样品的各测定值的符合程度为精密度。

A.3.1 测定

在某一实验室,使用同一操作方法,测定同一稳定样品时,允许变化的因素有操作者、时间、试剂、仪器等,测定值之间的相对偏差即为该方法在实验室内的精度。

A.3.2 表示

A.3.2.1 相对偏差

相对偏差按式(A.4)进行计算。

$$\text{相对偏差}(\%) = \frac{X_i - \bar{X}}{\bar{X}} \times 100 \quad \text{..... (A.4)}$$

式中:

X_i ——某一次的测定值;

\bar{X} ——测定值的平均值。

平行样相对误差按式(A.5)进行计算。

$$\text{平行样相对误差}(\%) = \frac{|X_1 - X_2|}{\frac{X_1 + X_2}{2}} \times 100 \quad \text{..... (A.5)}$$

A.3.2.2 标准偏差

A.3.2.2.1 算术平均值:多次测定值的算术平均值可按式(A.6)计算。

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \dots + X_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad \text{..... (A.6)}$$

式中:

\bar{X} —— n 次重复测定结果的算术平均值;

n ——重复测定次数;

X_i —— n 次测定中第 i 个测定值。

A.3.2.2.2 标准偏差:它反映随机误差的大小,用标准差(S)表示,按式(A.7)进行计算。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n X_i^2 - (\sum_{i=1}^n X_i)^2/n}{n-1}} \quad \text{..... (A.7)}$$

式中:

\bar{X} —— n 次重复测定结果的算术平均值;

n ——重复测定次数;

X_i —— n 次测定中第 i 个测定值;

S ——标准差。

A.3.2.3 相对标准偏差

相对标准偏差按式(A.8)进行计算。

$$\text{RSD} = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \quad \text{..... (A.8)}$$

式中:

RSD——相对标准偏差;

S, \bar{X} ——同 A.3.2.2.2。

A.4 准确度

测定的平均值与真值相符的程度。

A.4.1 测定

某一稳定样品中加入不同水平已知量的标准物质(将标准物质的量作为真值)称加标样品;同时测定样品和加标样品;加标样品扣除样品值后与标准物质的误差即为该方法的准确度。

A.4.2 用回收率表示方法的准确度

加入的标准物质的回收率按式(A.9)进行计算。

$$P = \frac{X_1 - X_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.9)$$

式中:

P ——加入的标准物质的回收率;

m ——加入的标准物质的量;

X_1 ——加标试样的测定值;

X_0 ——未加标试样的测定值。

A.5 直线回归方程的计算

在绘制标准曲线时,可用直线回归方程式计算,然后根据计算结果绘制。用最小二乘法计算直线回归方程的公式见式(A.10)~式(A.13)。

$$y = a + bX \quad \dots\dots\dots (A.10)$$

$$a = \frac{\sum X^2 (\sum Y) - (\sum X)(\sum XY)}{n \sum X^2 - (\sum X)^2} \quad \dots\dots\dots (A.11)$$

$$b = \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{n \sum X^2 - (\sum X)^2} \quad \dots\dots\dots (A.12)$$

$$r = \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{[n \sum X^2 - (\sum X)^2][n \sum Y^2 - (\sum Y)^2]}} \quad \dots\dots\dots (A.13)$$

式中:

X ——自变量,为横坐标上的值;

Y ——应变变量,为纵坐标上的值;

b ——直线的斜率;

a ——直线在 Y 轴上的截距;

n ——测定值;

r ——回归直线的相关系数。

A.6 有效数字

食品理化检验中直接或间接测定的量,一般都用数字表示,但它与数学中的“数”不同,而仅仅表示量度的近似值。在测定值中只保留一位可疑数字,如 0.012 3 与 1.23 都为三位有效数字。当数字末端的“0”不作为有效数字时,要改写成用乘以 10^n 来表示。如 24 600 取三位有效数字,应写作 2.46×10^4 。

A.6.1 运算规则

A.6.1.1 除有特殊规定外,一般可疑数表示末位 1 个单位的误差。

A.6.1.2 复杂运算时,其中间过程多保留一位有效数,最后结果须取应有的位数。

A.6.1.3 加减法计算的结果,其小数点以后保留的位数,应与参加运算各数中小数点后位数最少的相同。

A.6.1.4 乘法计算的结果,其有效数字保留的位数,应与参加运算各数中有效数字位数最少的相同。

A.6.2 方法测定中按其仪器准确度确定了有效数的位数后,先进行运算,运算后的数值再修约。

A.7 数字修约规则

A.7.1 在拟舍弃的数字中,若左边第一个数字小于 5(不包括 5)时,则舍去,即所拟保留的末位数字不变。

例如：将 14.243 2 修约到保留一位小数。

修约前	修约后
14.243 2	14.2

A. 7.2 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字大于 5(不包括 5)则进一，即所拟保留的末位数字加一。

例如：将 26.484 3 修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
26.484 3	26.5

A. 7.3 在拟舍弃的数字中，若左边第一位数字等于 5，其右边的数字并非全部为零时，则进一，即所拟保留的末位数字加一。

例如：将 1.050 1 修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
1.050 1	1.1

A. 7.4 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字等于 5，其右边的数字皆为零时，所拟保留的末位数字若为奇数则进一，若为偶数(包括“0”)则不进。

例如：将下列数字修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
0.350 0	0.4
0.450 0	0.4
1.050 0	1.0

A. 7.5 所拟舍弃的数字，若为两位以上数字时，不得连续进行多次修约，应根据所拟舍弃数字中左边第一个数字的大小，按上述规定一次修约出结果。

例如：将 15.454 6 修约成整数。

正确的做法是：

修约前	修约后
15.454 6	15

不正确的做法是：

修约前	一次修约	二次修约	三次修约	四次修约(结果)
15.454 6	15.454 5	15.46	15.5	16

附录 B
(资料性附录)
标准滴定溶液

检验方法中某些标准滴定溶液的配制及标定应按下列规定进行,应符合 GB/T 601 的要求。

B.1 盐酸标准滴定溶液

B.1.1 配制

B.1.1.1 盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}]$:量取 90 mL 盐酸,加适量水并稀释至 1 000 mL。

B.1.1.2 盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}]$:量取 45 mL 盐酸,加适量水并稀释至 1 000 mL。

B.1.1.3 盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}]$:量取 9 mL 盐酸,加适量水并稀释至 1 000 mL。

B.1.1.4 溴甲酚绿-甲基红混合指示液:量取 30 mL 溴甲酚绿乙醇溶液(2 g/L),加入 20 mL 甲基红乙醇溶液(1 g/L),混匀。

B.1.2 标定

B.1.2.1 盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}]$:准确称取约 1.5 g 在 270℃~300℃ 干燥至恒量的基准无水碳酸钠,加 50 mL 水使之溶解,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用本溶液滴定至溶液由绿色转变为紫红色,煮沸 2 min,冷却至室温,继续滴定至溶液由绿色变为暗紫色。

B.1.2.2 盐酸标准溶液 $[c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}]$:按 B.1.2.1 操作,但基准无水碳酸钠量改为约 0.8 g。

B.1.2.3 盐酸标准溶液 $[c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}]$:按 B.1.2.1 操作,但基准无水碳酸钠量改为约 0.15 g。

B.1.2.4 同时做试剂空白试验。

B.1.3 计算

盐酸标准滴定溶液的浓度按式(B.1)计算。

$$c_1 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.0530} \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——基准无水碳酸钠的质量,单位为克(g);

V_1 ——盐酸标准溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白试验中盐酸标准溶液用量,单位为毫升(mL);

0.0530——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}]$ 相当的基准无水碳酸钠的质量,单位为克(g)。

B.2 盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}, c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}]$

临用前取盐酸标准溶液 $[c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}]$ (B.1.1.3)加水稀释制成。必要时重新标定浓度。

B.3 硫酸标准滴定溶液

B.3.1 配制

B.3.1.1 硫酸标准滴定溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}]$:量取 30 mL 硫酸,缓缓注入适量水中,冷却至室温后用水稀释至 1 000 mL,混匀。

B.3.1.2 硫酸标准滴定溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5 \text{ mol/L}]$:按 B.3.1.1 操作,但硫酸量改为 15 mL。

B.3.1.3 硫酸标准滴定溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1 \text{ mol/L}]$:按 B.3.1.1 操作,但硫酸量改为 3 mL。

B.3.2 标定

B.3.2.1 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1.0\text{ mol/L}$];按 B.1.2.1 操作。

B.3.2.2 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$];按 B.1.2.2 操作。

B.3.2.3 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$];按 B.1.2.3 操作。

B.3.3 计算

硫酸标准滴定溶液浓度按式(B.2)计算。

$$c_2 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.0530} \dots\dots\dots(\text{B.2})$$

式中:

c_2 ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——基准无水碳酸钠的克数,单位为克(g);

V_1 ——硫酸标准溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白试验中硫酸标准溶液用量,单位为毫升(mL);

0.0530——与 1.00 mL 硫酸标准溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$] 相当的基准无水碳酸钠的质量,单位为克(g)。

B.4 氢氧化钠标准滴定溶液**B.4.1 配制**

B.4.1.1 氢氧化钠饱和溶液,称取 120 g 氢氧化钠,加 100 mL 水,振荡使之溶解成饱和溶液,冷却后置于聚乙烯塑料瓶中,密塞,放置数日,澄清后备用。

B.4.1.2 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$];吸取 56 mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液,加适量新煮沸过的冷水至 1 000 mL,摇匀。

B.4.1.3 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$];按 B.4.1.2 操作,但吸取澄清的氢氧化钠饱和溶液改为 28 mL。

B.4.1.4 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$];按 B.4.1.2 操作,但吸取澄清的氢氧化钠饱和溶液改为 5.6 mL。

B.4.1.5 酚酞指示液:称取酚酞 1 g 溶于适量乙醇中再稀释至 100 mL。

B.4.2 标定

B.4.2.1 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$];准确称取约 6 g 在 105℃~110℃干燥至恒量的基准邻苯二甲酸氢钾,加 80 mL 新煮沸过的冷水,使之尽量溶解,加 2 滴酚酞指示液,用本溶液滴定至溶液呈粉红色,0.5 min 不褪色。

B.4.2.2 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$];按 B.4.2.1 操作,但基准邻苯二甲酸氢钾量改为约 3 g。

B.4.2.3 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$];按 B.4.2.1 操作,但基准邻苯二甲酸氢钾量改为约 0.6 g。

B.4.2.4 同时做空白试验。

B.4.3 计算

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(B.3)计算。

$$c_3 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2042} \dots\dots\dots(\text{B.3})$$

式中:

c_3 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——基准邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——氢氧化钠标准溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验中氢氧化钠标准溶液用量,单位为毫升(mL);

0.204 2——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 相当的基准邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g)。

B.5 氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}, c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}]$

临用前取氢氧化钠标准溶液 $[c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}]$,加新煮沸过的冷水稀释制成。必要时用盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}, c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}]$ 标定浓度。

B.6 氢氧化钾标准滴定溶液 $[c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}]$

B.6.1 配制

称取 6 g 氢氧化钾,加入新煮沸过的冷水溶解,并稀释至 1 000 mL,混匀。

B.6.2 标定

按 B.4.2.3 和 B.4.2.4 操作。

B.6.3 计算

按 B.4.3 中式(B.3)计算。

B.7 高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}]$

B.7.1 配制

称取约 3.3 g 高锰酸钾,加 1 000 mL 水。煮沸 15 min。加塞静置 2 d 以上,用垂融漏斗过滤,置于具玻璃塞的棕色瓶中密塞保存。

B.7.2 标定

准确称取约 0.2 g 在 110℃ 干燥至恒量的基准草酸钠。加入 250 mL 新煮沸过的冷水、10 mL 硫酸,搅拌使之溶解。迅速加入约 25 mL 高锰酸钾溶液,待褪色后,加热至 65℃,继续用高锰酸钾溶液滴定至溶液呈微红色,保持 0.5 min 不褪色。在滴定终了时,溶液温度应不低于 55℃。同时做空白试验。

B.7.3 计算

高锰酸钾标准滴定溶液的浓度按式(B.4)计算。

$$c_4 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.067 0} \dots\dots\dots(\text{B.4})$$

式中:

c_4 ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——基准草酸钠的质量,单位为克(g);

V_1 ——高锰酸钾标准溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白试验中高锰酸钾标准溶液用量,单位为毫升(mL);

0.067 0——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(1/5\text{KMnO}_4)=1 \text{ mol/L}]$ 相当的基准草酸钠的质量,单位为克(g)。

B.8 高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(1/5\text{KMnO}_4)=0.01\text{mol/L}]$

临用前取高锰酸钾标准溶液 $[c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}]$ 稀释制成,必要时重新标定浓度。

B.9 草酸标准滴定溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.1 \text{ mol/L}]$

B.9.1 配制

称取约 6.4 g 草酸,加适量的水使之溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。

B.9.2 标定

吸取 25.00 mL 草酸标准溶液,按 B.7.2 自“加入 250 mL 新煮沸过的冷水……”操作。

B.9.3 计算

草酸标准滴定溶液的浓度按式(B.5)计算。

$$c_5 = \frac{(V_1 - V_2) \times c}{V} \quad \dots\dots\dots (B.5)$$

式中:

c_5 ——草酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——高锰酸钾标准溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白试验中高锰酸钾标准溶液用量,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——草酸标准溶液用量,单位为毫升(mL)。

B.10 草酸标准滴定溶液 [$c(1/2H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 0.01 \text{ mol/L}$]

临用前取草酸标准滴定溶液 [$c(1/2H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O) = 0.1 \text{ mol/L}$] 稀释制成。

B.11 硝酸银标准滴定溶液 [$c(AgNO_3) = 0.1 \text{ mol/L}$]**B.11.1 配制**

B.11.1.1 称取 17.5 g 硝酸银,加入适量水使之溶解,并稀释至 1 000 mL,混匀,避光保存。

B.11.1.2 需用少量硝酸银标准溶液时,可准确称取约 4.3 g 在硫酸干燥器中干燥至恒重的硝酸银(优级纯),加水使之溶解,移至 250 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀,避光保存。

B.11.1.3 淀粉指示液:称取 0.5 g 可溶性淀粉,加入约 5 mL 水,搅匀后缓缓倾入 100 mL 沸水中,随加随搅拌,煮沸 2 min,放冷,备用。此指示液应临用时配制。

B.11.1.4 荧光黄指示液:称取 0.5 g 荧光黄,用乙醇溶解并稀释至 100 mL。

B.11.2 标定

B.11.2.1 采用 B.11.1.1 配制的硝酸银标准溶液的标定:准确称取约 0.2 g 在 270 °C 干燥至恒量的基准氯化钠,加入 50 mL 水使之溶解。加入 5 mL 淀粉指示液,边摇动边用硝酸银标准溶液避光滴定,近终点时,加入 3 滴荧光黄指示液,继续滴定混浊液由黄色变为粉红色。

B.11.2.2 采用 B.11.1.2 配制的硝酸银标准溶液不需要标定。

B.11.3 计算

B.11.3.1 由 B.11.1.1 配制的硝酸银标准滴定溶液的浓度按式(B.6)计算。

$$c_6 = \frac{m}{V \times 0.05844} \quad \dots\dots\dots (B.6)$$

式中:

c_6 ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——基准氯化钠的质量,单位为克(g);

V ——硝酸银标准溶液用量,单位为毫升(mL);

0.05844——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(AgNO_3) = 1 \text{ mol/L}$] 相当的基准氯化钠的质量,单位为克(g)。

B.11.3.2 由 B.11.1.2 配制的硝酸银标准滴定溶液的浓度按式(B.7)计算。

$$c_7 = \frac{m}{V \times 0.1699} \quad \dots\dots\dots (B.7)$$

式中:

c_7 ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——硝酸银(优级纯)的质量,单位为克(g);

V ——配制成的硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.169 9——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=0.100 0 \text{ mol/L}]$ 相当的硝酸银的质量,单位为克(g)。

B. 12 硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=0.02 \text{ mol/L}, c(\text{AgNO}_3)=0.01 \text{ mol/L}]$

临用前取硝酸银标准滴定溶液 $[c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}]$ 稀释制成。

B. 13 碘标准滴定溶液 $[c(1/2\text{I}_2)=0.1 \text{ mol/L}]$

B. 13.1 配制

B. 13.1.1 称取 13.5 g 碘,加 36 g 碘化钾、50 mL 水,溶解后加入 3 滴盐酸及适量水稀释至 1 000 mL。用垂融漏斗过滤,置于阴凉处,密闭,避光保存。

B. 13.1.2 酚酞指示液:称取 1 g 酚酞用乙醇溶解并稀释至 100 mL。

B. 13.1.3 淀粉指示液:同 B. 11.1.3。

B. 13.2 标定

准确称取约 0.15 g 在 105℃干燥 1 h 的基准三氧化二砷,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L),微热使之溶解。加入 20 mL 水及 2 滴酚酞指示液,加入适量硫酸(1+35)至红色消失,再加 2 g 碳酸氢钠、50 mL 水及 2 mL 淀粉指示液。用碘标准溶液滴定至溶液显浅蓝色。

B. 13.3 计算

碘标准滴定溶液浓度按式(B.8)计算。

$$c_8 = \frac{m}{V \times 0.049 46} \dots\dots\dots(\text{B. 8})$$

式中:

c_8 ——碘标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——基准三氧化二砷的质量,单位为克(g);

V ——碘标准溶液用量,单位为毫升(mL);

0.049 46——与 0.100 mL 碘标准滴定溶液 $[c(1/2\text{I}_2)=1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的三氧化砷的质量,单位为克(g)。

B. 14 碘标准滴定溶液 $[c(1/2\text{I}_2)=0.02 \text{ mol/L}]$

临用前取碘标准滴定溶液 $[c(1/2\text{I}_2)=0.1 \text{ mol/L}]$ 稀释制成。

B. 15 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.100 \text{ mol/L}]$

B. 15.1 配制

B. 15.1.1 称取 26 g 硫代硫酸钠及 0.2 g 碳酸钠,加入适量新煮沸过的冷水使之溶解,并稀释至 1 000 mL,混匀,放置一个月后过滤备用。

B. 15.1.2 淀粉指示液:同 B. 11.1.3。

B. 15.1.3 硫酸(1+8):吸取 10 mL 硫酸,慢慢倒入 80 mL 水中。

B. 15.2 标定

B. 15.2.1 准确称取约 0.15 g 在 120℃干燥至恒量的基准重铬酸钾,置于 500 mL 碘量瓶中,加入 50 mL 水使之溶解。加入 2 g 碘化钾,轻轻振荡使之溶解。再加入 20 mL 硫酸(1+8),密塞,摇匀,放置暗处 10 min 后用 250 mL 水稀释。用硫代硫酸钠标准溶液滴至溶液呈浅黄绿色,再加入 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失而显亮绿色。反应液及稀释用水的温度不应高于 20℃。

B. 15.2.2 同时做试剂空白试验。

B. 15.3 计算

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度按式(B.9)计算。

$$c_9 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.049\ 03} \dots\dots\dots (B.9)$$

式中:

c_9 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——基准重铬酸钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——硫代硫酸钠标准溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白试验中硫代硫酸钠标准溶液用量,单位为毫升(mL);

0.049 03——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的重铬酸钾的质量,单位为克(g)。

B.16 硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 、 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.01 \text{ mol/L}]$

临用前取 0.10 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液,加新煮沸过的冷水稀释制成。

B.17 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$

B.17.1 配制

B.17.1.1 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.05 \text{ mol/L}]$:称取 20 g 乙二胺四乙酸二钠 $(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$,加入 1 000 mL 水,加热使之溶解,冷却后摇匀。置于玻璃瓶中,避免与橡皮塞、橡皮管接触。

B.17.1.2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.02 \text{ mol/L}]$:按 B.17.1.1 操作,但乙二胺四乙酸二钠量改为 8 g。

B.17.1.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.01 \text{ mol/L}]$:按 B.17.1.1 操作,但乙二胺四乙酸二钠量改为 4 g。

B.17.1.4 氨水-氯化铵缓冲液(pH=10):称取 5.4 g 氯化铵,加适量水溶解后,加入 35 mL 氨水,再加水稀释至 100 mL。

B.17.1.5 氨水(4→10):量取 40 mL 氨水,加水稀释至 100 mL。

B.17.1.6 铬黑 T 指示剂:称取 0.1 g 铬黑 T[6-硝基-1-(1-萘酚-4-偶氮)-2-萘酚-4-磺酸钠],加入 10 g 氯化钠,研磨混合。

B.17.2 标定

B.17.2.1 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.05 \text{ mol/L}]$:准确称取约 0.4 g 在 800℃灼烧至恒量的基准氧化锌,置于小烧杯中,加入 1 mL 盐酸,溶解后移入 100 mL 容量瓶,加水稀释至刻度,混匀。吸取 30.00 mL~35.00 mL 此溶液,加入 70 mL 水,用氨水(4→10)中和至 pH7~8,再加 10 mL 氨水-氯化铵缓冲液(pH10),用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,接近终点时加入少许铬黑 T 指示剂,继续滴定至溶液自紫色转变为纯蓝色。

B.17.2.2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.02 \text{ mol/L}]$:按 B.17.2.1 操作,但基准氧化锌量改为 0.16 g,盐酸量改为 0.4 mL。

B.17.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $[c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.02 \text{ mol/L}]$:按 B.17.2.2 操作,但容量瓶改为 200 mL。

B.17.2.4 同时做试剂空白试验。

B.17.3 计算

乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度按式(B.10)计算。

$$c_{10} = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.081\ 38} \dots\dots\dots (B.10)$$

式中:

c_{10} —— 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m —— 用于滴定的基准氧化锌的质量,单位为毫克(mg);

V_1 —— 乙二胺四乙酸二钠标准溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 —— 试剂空白试验中乙二胺四乙酸二钠标准溶液用量,单位为毫升(mL);

0.081 38 —— 与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $c(c(C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O) = 1.000 \text{ mol/L})$ 相当的基准氧化锌的质量,单位为克(g)。

附录 C
(资料性附录)
常用酸碱浓度表

C.1 常用酸碱浓度表(市售商品)

表 C.1

试剂名称	分子量	含量/ (%)(质量分数)	相对密度	浓度/ (mol/L)
冰乙酸	60.05	99.5	1.05(约)	17(CH ₃ COOH)
乙酸	60.05	36	1.04	6.3(CH ₃ COOH)
甲酸	46.02	90	1.20	23(HCOOH)
盐酸	36.5	36~38	1.18(约)	12(HCl)
硝酸	63.02	65~68	1.4	16(HNO ₃)
高氯酸	100.5	70	1.67	12(HClO ₄)
磷酸	98.0	85	1.70	15(H ₃ PO ₄)
硫酸	98.1	96~98	1.84(约)	18(H ₂ SO ₄)
氨水	17.0	25~28	0.8~8(约)	15(NH ₃ ·H ₂ O)

C.2 常用洗涤液的配制和使用方法

C.2.1 重铬酸钾-浓硫酸溶液(100 g/L)(洗液):称取化学纯重铬酸钾 100 g 于烧杯中,加入 100 mL 水,微加热,使其溶解。把烧杯放于水盆中冷却后,慢慢加入化学纯硫酸,边加边用玻璃棒搅动,防止硫酸溅出,开始有沉淀析出,硫酸加到一定量沉淀可溶解,加硫酸至溶液总体积为 1 000 mL。

该洗液是强氧化剂,但氧化作用比较慢,直接接触器皿数分钟至数小时才有作用,取出后要用自来水充分冲洗 7 次~10 次,最后用纯水淋洗 3 次。

C.2.2 肥皂洗涤液、碱洗涤液、合成洗涤剂洗涤液:配制一定浓度,主要用于油脂和有机物的洗涤。

C.2.3 氢氧化钾-乙醇洗涤液(100 g/L):取 100 g 氢氧化钾,用 50 mL 水溶解后,加工业乙醇至 1 L,它适用洗涤油垢、树脂等。

C.2.4 酸性草酸或酸性羟胺洗涤液:称取 10 g 草酸或 1 g 盐酸羟胺,溶于 10 mL 盐酸(1+4)中,该液洗涤氧化性物质。对沾污在器皿上的氧化剂,酸性草酸作用较慢,羟胺作用快且易洗净。

C.2.5 硝酸洗涤液:常用浓度(1+9)或(1+4),主要用于浸泡清洗测定金属离子时的器皿。一般浸泡过夜,取出用自来水冲洗,再用去离子水或亚沸水冲洗。

洗涤后玻璃仪器应防止二次污染。