

制浆造纸试验方法

(碱法及硫酸盐法)

四川省轻工业局造纸研究所汇编

1970

毛主席语录

领导我们事业的核心力量是中国共产党。

指导我们思想的理论基础是马克思列宁主义。

马克思主义认为，政治与业务、政治与军事、政治与经济、政治与技术的关系，政治总是第一，政治总是统帅，政治总是头，政治总是率领军事，率领经济，率领业务，率领技术的。

人们为着要在自然界里得到自由，就要用自然科学来了解自然，克服自然和改造自然，从自然里得到自由。

抓革命，促生产，促工作，促战备。

打破洋框框，走自己工业发展的道路。

团结起来，争取更大的胜利。

前 言

在毛主席“抓革命，促生产，促工作，促战备”的伟大战略方针指引下，在党的九届二中全会公报精神的鼓舞和推动下，遵照伟大领袖毛主席“全心全意地为人民服务”的教导，遵循党的科学研究工作要“为无产阶级政治服务、与生产劳动相结合”的指导方针，为了适应我省造纸工业飞跃发展的需要和各兄弟单位的意见和要求，我们汇编了这本《制浆造纸试验方法》，供各兄弟单位在提高产品质量，加强技术管理，进一步促进生产发展作参考。

试验方法的来源，首先是采用国家、部颁标准（包括草案），没有国家、部颁标准的则采用上海等地区的企业标准、以及省内外各兄弟厂现行检验方法，还采用了一些有关国内外资料上的方法。

汇编目录和原辅材料及生产过程的检验方法，曾先后印发给各兄弟纸厂征求意见和使用验证，各兄弟纸厂也先后提出了不少宝贵意见，给予我们很大的支持和协助，在此表示感谢！

由于我们调查搜资工作还不全面、深入，特别是生产过程部份中的试验方法还远远不能满足生产上既准确又及时的要求。今后，我们将和各兄弟单

位一道继续努力，不断改进提高。

由于我们深入生产实践、深入工人群众不够，加之水平有限、工作比较粗糙，缺点、错误一定不少，希望各兄弟单位和革命同志批评指正，并提出宝贵意见。

说 明

1. 本试验方法各测定项目所用试剂一般规定为分析纯（二级品，A. R），或化学纯（三级品，C. P）。标准溶液所用试剂另有规定。
2. 本试验方法各测定项目所需标准溶液，一般试剂及溶液，以及指示剂的制备方法，均列在第八章（试剂及溶液）。
3. 本试验方法各测定项目所用的水，除有特殊要求外一般规定为蒸馏水及离子交换水。
4. 本试验方法各测定项目所用比例试剂如2:1盐酸是指2体积浓盐酸与1体积水混合配成，其他类推。
5. ▲凡注有此符号的系汇编者根据造纸工业需要，补充的测定项目。
6. 本试验方法各项标准代号、按国家科委1964年3月20日统一规定为：
GB——国家标准。QB——轻工业部标准。
HG(或HGB)——化学工业部标准。LY——林业部标准。JC——建筑工业部标准。SY(或SYB)——石油工业部标准。

目 录

一、造纸原料试验方法:

- 造纸原料分析用试样的采取……………国标草案 (1)
- 造纸原料水分的测定……………国标草案 (3)
- 造纸原料灰份含量的测定……………国标草案 (5)
- 造纸原料水抽出物含量的测定……………国标草案 (7)
- 造纸原料 1 % NaOH 抽出物的
测定……………国标草案 (10)
- 造纸原料乙醚抽出物含量的测定……………国标草案 (12)
- 造纸原料苯醇抽出物含量的测定……………国标草案 (14)
- 造纸原料木素含量的测定……………国标草案 (16)
- 造纸原料多戊醣含量的测定……………国标草案 (19)
- 造纸原料综纤维素含量的测定……………国标草案 (24)
- 造纸原料中克贝纤维素的测定……………国标草案 (27)
- 造纸原料果胶含量的测定……………QB108-61 (31)

二、化学纸浆、纸与纸板的试验方法:

- 化学纸浆平均试样的采取方法……………GB740-65 (39)
- 化学纸浆分析试样水分的测定
法……………GB741-65 (41)
- 化学纸浆灰份的测定法……………GB742-65 (43)
- 化学纸浆乙醚抽出物的测定法……………GB743-65 (45)
- 化学纸浆甲种纤维素的测定法……………GB744-65 (47)

化学纸浆多戊酮的测定法·····	GB745—65 (51)
漂白化学纸浆木素的测定法·····	GB746—65 (56)
未漂化学纸浆木素的测定法·····	GB747—65 (59)
纸浆、纸与纸板灰份中含铁量的 测定·····	国标草案 (62)
纸浆、纸与纸板灰份中含铜量的 测定·····	国标草案 (65)
纸浆、纸与纸板水抽出物酸度及 碱度的测定·····	国标草案 (68)
纸浆、纸与纸板水溶性氯化物的 测定·····	国标草案 (72)
纸浆、纸与纸板水溶性硫酸根的 测定·····	国标草案 (75)
化学浆卡伯值的测定·····	国标草案 (78)
化学浆硬度的测定·····	QB117—61 (82)
化学浆铜价的测定·····	国标草案 (85)
化学浆粘度的测定·····	QB120—61 (90)
浆粕反应性能的测定·····	(93)
纸及纸浆中未硝化残留物的测定·····	(97)
纸及纸浆在 -5°C 时不溶于 12% NaOH 的 残留物测定·····	(100)
纸及纸浆抽出液电导率的测定·····	(102)
纸浆纤维形态均一性的测定·····	(104)
纸及纸浆灰份中微量二氧化硅的测定·····	(107)
纸及纸浆灰份中钙含量的测定·····	(109)
纸及纸浆灰份中镁含量的测定·····	(111)

纸浆、纸及纸板纤维长宽度的测定（显微镜法）	（112）
纸与纸板纤维组成的测定	……国标草案（118）
纸中施胶剂种类的定性方法	（124）
纸中填料的定性方法	（127）
纸过滤速度与分离性能的测定	……QB142-61（129）

三、制浆造纸生产过程试验方法

蒸煮原料合格率及杂物含量的测定	（133）
蒸煮原料水分的测定	（136）
蔗渣含髓率的测定	（138）
蔗渣酸度的测定	（139）
碱法及硫酸盐法绿液及白液的分析	（141）
苛化碱液的分析	（149）
苛化石灰泥渣分析	（151）
粗浆洗涤水可氧化物的测定	（154）
收获率的测定	（157）
水解液中还原糖的测定	（161）
中性亚硫酸盐法废液中亚硫酸盐含量的测定	（163）
碱法及硫酸盐法蒸煮黑液的分析	（165）
氯水中有效氯含量的测定	（178）
漂液中有有效氯含量的测定	（180）
漂白残氯含量的测定	（183）
漂后洗净度的测定	（185）
漂液中过氧化物及碱度含量的测定	（187）
漂后残余过氧化物及碱度含量的测定	（189）

R-2 法制备二氧化氯及二氧化氯漂白

过程的测定	(191)
松香胶的分析	(201)
松香胶乳液的分析	(206)
硬脂酸胶的分析	(209)
纸浆水分的测定	(210)
纸浆浓度的测定	(212)
纸浆打浆度的测定	(215)
纸浆水化度的测定	(218)
纸浆纤维长宽度的测定(框架法)	(220)
纤维筛分组成的测定	(222)
纸中填料留着率的测定	(225)
白水中纤维和填料含量的测定	(228)
纸机纤维流失的测定	(231)
打浆机容积的测定	(234)

四、化工原料试验方法

烧碱	GB209-63	(237)
纯碱	GB210-63	(246)
工业硫化钠	HGB 1010-60	(253)
氨水	HG1-88-64	(258)
工业合成盐酸	GB320-34	(262)
工业硫酸	GB534-65	(266)
芒硝	QB379-64	(271)
硫磺	部标草案	(278)
石灰		(281)

工业无水亚硫酸钠	HG1—209—65	(284)
漂白粉	HG1—30—64	(290)
液氯	HG1—31—64	(296)
萤光增白剂	HG2—382—66	(302)
次氯酸钠	上海企标	(310)
双氧水(容量30%计)	上海企标	(314)
固体过氧化钠		(318)
氯酸钠		(320)
硫代硫酸钠	HG1—210—65	(322)
硫酸铝	HG1—32—64	(328)
磷酸三钠	HG1—322—66	(338)
工业用固体三氯化铁	部标草案	(344)
海盐	QB344—64	(350)
井盐	QB345—63	(353)
食盐检验方法	QB348—63	(355)
松香	LY 204—63	(366)
硬脂酸	QB523—66	(375)
玉蜀黍淀粉	HG2—384—66	(384)
工业用石蜡	GB254—64	(394)
石蜡的分析		(395)
硅酸钠(泡化碱)	上海企标	(396)
工业用羧甲基纤维素(C, M, C)	上海企标	(401)
*5011脲醛树脂		(406)
*516三聚氰胺树脂		(411)
三聚氰胺树脂		(412)
工业干酪素	内蒙企标	(413)

牛皮胶及明胶	(422)
轻质碳酸钙	HG1—517—67 (426)
苏州手选高岭土	JC88—65 (434)
苏州机选高岭土	JC89—65 (440)
苏州高岭土检验方法	JC 90—65 (443)
滑石粉	(453)
钛白粉	(459)
硝酸钠	HG1—524—67 (466)
染料	(474)

五、水的试验方法

水	(483)
---	---------

六、煤的试验方法

煤中全水分的测定方法	GB211—63 (503)
煤的工业分析方法	GB212—63 (509)
煤的发热量测定方法	GB213—63 (518)
煤中全硫的测定方法	GB214—63 (531)

七、润滑剂试验方法

机械油	GB443—64 (542)
变压器油	SYB 1351—62 (544)
钙基润滑脂	GB491—65 (546)
钙钠基润滑脂规格	SYB 1403—59 (549)
石油产品水溶性酸及碱试验法	GB259—64 (551)
石油产品闪点测定法(闭口杯法)	GB261—64 (554)
石油产品酸值测定法	GB264—64 (558)

石油产品恩氏粘度测定法·····	GB266—64 (561)
石油产品残炭测定法·····	GB268—64 (568)

八、试剂及溶液

标准溶液制备及标定·····	(583)
一般试剂及溶液的配制方法·····	(604)
指示剂的配制·····	(625)
指示剂 pH 变色域测定法·····	(630)

九、附 录

一、实验室的一般基本知识

实验室中安全注意事项·····	(643)
洗液的配制及玻璃仪器的洗涤·····	(644)
变色硅胶的制备·····	(644)
几种仪器及器皿的使用方法及注意事项··	(645)
一些玻璃管及玻璃棒的加工制作·····	(651)

二、附 表:

硫酸溶液浓度表·····	(653)
盐酸溶液浓度表·····	(655)
氢氧化钠溶液浓度表·····	(656)
温度与压力关系表·····	(657)
国际原子量表(1961年)·····	(659)

造纸原料分析用试样的采取

国家标准（草案）

本标准适用于造纸用的木材原料和非木材纤维原料分析用试样的采取。

一、木材原料

1. 使用的工具

- (1) 剥皮刀。
- (2) 手锯。
- (3) 粉碎机。
- (4) 40目及60目标准钢丝网筛。
- (5) 具有磨砂玻塞的广口瓶。

2. 试样的采取

采取同一产地，同一树种的原木3~4棵，记明原木的树种、树龄、产地、砍伐年月、外观品级等。用剥皮刀将所取得的原木表皮全部剥尽。

用手锯在每颗原木梢部、腰部、底部、各锯2~3块厚约2~3厘米的原木，风干后，切成小薄片，充分混合，按四分法取得均匀样品约500克。然后置入粉碎机中磨至全部能通过40目筛的细末。过筛，截取能通过40目筛但不能通过60目筛的部份细末，风干，贮于具有磨砂玻塞的广口瓶中，留供分析用。

二、非木材原料

1. 使用的工具

- (1) 切草刀。
- (2) 粉碎机。
- (3) 薄剃刀片。
- (4) 剪刀。
- (5) 40目及60目标准铜丝网筛。
- (6) 马蹄形吸铁石。

2. 试样的采取

(1) 无髓的草类原料如稻草、麦草、芦苇等——取能代表预备进行蒸煮的原料约 500 克，记录其草种、产地、采集年月、贮存年月、品质情况（变质情况及清洁程度等）。用切草刀切去原料的根及穗部。

将已去根及穗的原料全部切碎。风干后，置入粉碎机中磨碎至成为能全部通过40目筛的细末。过筛，截取能通过40目筛，但不能通过60目筛的部份细末，贮于具有磨砂玻璃塞的广口瓶中。

(2) 有髓的草类原料——将已去根及穗的风干试样。用薄剃刀片将其劈成极细条，再用剪刀剪成细粉末。最后用吸铁石进行磁选，以除去可能杂有的铁屑。混合均匀，贮于具有磨砂玻璃塞的广口瓶中。

造纸原料水份的测定

国家标准（草案）

测定方法是根据试样在 100~105°C 烘干至恒重所失去的重量而求得的。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器及器皿

(1) 带有温度调节器的恒温烘箱。

(2) 干燥器。

(3) 扁形称量瓶。

三、测定方法和计算

精确称取3~5克（称准至0.0001克）粉碎试样，于洁净的已烘干并恒重的扁形称量瓶中，置于烘箱，于100~105°C 烘干4小时。将称量瓶移入干燥器中，冷却半小时后，称重。再移入烘箱，继续烘干1小时，冷却称重。如此继续施行，直至恒重为止。

水份含量 (X) 以%表示，按下式计算：

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G} \times 100$$

式中G ……扁形称量瓶重 (g) ;

G_1 ……扁形称量瓶与试样在烘干前的重 (g) ;

G_2 ……扁形称量瓶与试样在烘干后的重 (g) 。

同时进行两次测定, 取其算术平均值作为测定结果。要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过 0.2。

造纸原料灰份含量的测定

国家标准（草案）

测定方法是將试样燃烧和灼烧后，称其矿物性残渣的重量。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器及器皿

(1) 高温炉

(2) 磁坩埚

(3) 干燥器

三、测定方法和计算

精确称取2~3克（称准至0.0001克）粉碎试样于预先经灼烧并已恒重的磁坩埚中（同时另称取试样测定水份），先在电炉或煤气灯上仔细燃烧使其碳化。然后将坩埚移入高温炉中，在不超过600°C的温度下，灼烧至灰渣中无黑色碳素，并恒重为止。

灰份含量（X）以%表示，按下式计算：

$$X = \frac{G \times 100}{G_1 (100 - W)} \times 100$$

式中：G……灰渣重量（g）；
G₁……风干试样重（g）；
W……试样水份（%）。

同时进行两次测定。取其算术平均值作为测定结果。要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差木材原料不应超过0.05。非木材原料不应超过0.2。

〔注〕：有些草类原料灰份含有较多二氧化硅，在灼烧时灰份易熔融结成块状物，致黑色炭素不易烧尽，则应采用下列方法测定：

精确称取2~3克（称准至0.0001克）粉碎试样，置入预先经灼烧并已恒重的磁坩锅中（同时另称取试样测定水份）。用吸移管吸取5毫升醋酸镁乙醇溶液（溶解4.054克Mg(Ac)₂·4H₂O于50毫升蒸馏水中，加入95%化学纯乙醇稀释至成为1000毫升）注入其中。用铂丝仔细搅和至样品全部被湿润，洗下铂丝上所沾着的样品，微火蒸干并炭化后，移入高温炉，在不超过800°C温度下灼烧至灰渣中无黑色炭素并恒重为止。

同时做一空白试验，吸取5毫升醋酸镁乙醇溶液于另一已知重量的磁坩锅中，微火蒸干，移入高温炉灼烧至恒重。

灰分含量按下式计算，以百分数表示之：

$$\text{灰分}\% = \frac{(G - G_2)100}{G_1(100 - W)} \times 100$$

式中：G₂……空白试验残渣重（g）；
G、G₁、W……与上同。

造纸原料水抽出物含量的测定

国家标准（草案）

测定方法是用水处理试样，然后将抽提后的残渣烘干，从而确定其被抽出物的含量。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器及器皿

- (1) 具有温度调节器的水浴。
- (2) 玻璃滤器 (1G3)。
- (3) 恒温烘箱。
- (4) 容量500毫升及250毫升锥形瓶。
- (5) 冷凝管。

三、测定方法和计算：

(1) 冷水抽出物——精确称取约2克(称准至0.0001克)试样(同时另称取试样测定水份)于洁净光滑的纸上，然后仔细将其移入容量500毫升锥形瓶中，加入300毫升蒸馏水，置入恒温水浴中，保持温度为 $23^{\circ}\pm 2^{\circ}\text{C}$ ，放置48小时，并经常振荡。用倾泻法滤经已恒重的1G3玻璃滤器，用蒸馏水洗涤残渣及锥形瓶并将瓶内残渣全部洗入滤器中，继续洗涤至洗液

无色后，再多洗涤2~3次。吸干滤液，用蒸馏水洗净滤器外部。移入烘箱，于 $105^{\circ}\pm 3^{\circ}\text{C}$ ，烘干至恒重。

冷水抽出物含量(X)，以%表示，按下式计算

$$X = \frac{\left\{ \left[\frac{G_2(100-W)}{100} \right] - (G_1 - G) \right\} \times 100}{G_2(100-W)} \times 100$$

式中：G……玻璃滤器重(g)；

G_1 ……带有残渣的玻璃滤器烘干后重(g)；

G_2 ……风干试样重(g)；

W……试样水份(%)。

(2) 热水抽出物——精确称取约2克(称准至0.0001克)试样(同时另称取试样测定水份)，仔细移入容量250毫升锥形瓶中，加入200毫升水，装上冷凝管，置沸水浴中煮沸3小时，并经常摇荡。用倾泻法滤经已恒重的1G3玻璃滤器。用热蒸馏水洗涤残渣及锥形瓶并将锥形瓶内残渣全部洗入滤器中。继续洗涤至洗液无色后，再多洗涤2~3次。吸干滤液，用蒸馏水洗涤滤器外部，移入烘箱，于 $105\pm 3^{\circ}\text{C}$ ，烘干至恒重。

热水抽出物含量(X)，以%表示，按下式计算：

$$X = \frac{\left\{ \left[\frac{G_2(100-W)}{100} \right] - (G_1 - G) \right\} \times 100}{G_2(100-W)} \times 100$$

式中：G……玻璃滤器重(g)；

G_1 ……带有残渣的玻璃滤器烘干后重(g)；

G_2 ……风干试样重(g)；

W……试样水份(%)。

水抽出物都同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.2。

造纸原料1% NaOH 抽出物的测定

国家标准（草案）

测定方法是用1% NaOH溶液处理试样，经洗涤烘干后，从而确定其被抽出物的含量。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器、器皿及试剂

- (1) 容量 300 毫升锥形瓶。
- (2) 冷凝管。
- (3) 电热水浴。
- (4) 玻璃滤器 (1G3)。
- (5) 恒温烘箱。
- (6) 1% NaOH 溶液。

三、测定方法和计算

精确称取 2 克（称准至 0.0001 克）试样放入洁净干燥的容量 300 毫升锥形瓶中，准确加入 100 毫升 1% NaOH 溶液，装上回流冷凝器，置沸水浴中加热 1 小时。在加热过程中，每隔 10、15、25 分钟摇荡一次。等规定时间到达后，取出锥形瓶，静置片刻以便残渣沉积于瓶底，然后用倾泻法滤经已恒重的 1G3 玻璃滤器。用温水洗涤残渣及锥形瓶数次，最后

将锥形瓶中残渣全部洗入滤器中，用水洗至无碱性后，再用50毫升醋酸溶液（1:3）分两三次洗涤残渣。最后用冷水洗至不呈酸性反应为止（用甲基橙指示剂试之）。吸干滤液，取出滤器，用蒸馏水将滤器外部吹洗洁净，移入烘箱中，于105°C烘干至恒重。

1% NaOH 抽出物含量 (X)，以%表示，按下式计算：

$$X = \frac{\left\{ \frac{G_2(100-W)}{100} \right\} - (G_1 - G)}{G_2(100-W)} \times 100$$

式中：G ……玻璃滤器重 (g)；

G₁ ……烘干后的带有残渣玻璃滤器重 (g)；

G₂ ……风干试样重 (g)；

W ……试样水份 (%)。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.4。

造纸原料乙醚抽出物含量的测定

国家标准（草案）

测定方法是用乙醚抽提试样。然后将抽出液蒸发烘干，称量不挥发的残渣量。乙醚抽出物包括原料中所含有的树脂、蜡、脂肪等。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器、器皿及试剂

- (1) 容量 150 毫升索氏抽提器。
- (2) 具有温度调节器的水浴。
- (3) 烘箱。
- (4) 扁形称量瓶。
- (5) 乙醚。

三、测定方法和计算

精确称取3~4克(称准至0.0001克)试样(同时另称取试样测定水份)，用预先经乙醚抽提过的滤纸包好(不可包得太紧，但亦应防止过松，以免漏出)。置入索氏抽提器中，加入乙醚至超过其溢流水平。装上冷凝器，并将仪器放在水浴上，加热程度以保持底瓶中乙醚剧烈沸腾(应注意温度不能

过高，防止溶剂逸出），抽提液每小时约循环不少于6次。如此抽提6小时。抽提完毕，提起冷凝器，用夹子小心地从抽提器中取出盛有试样的纸包，将冷凝器重新和抽提器连接起，回收一部分溶剂，直至底瓶中仅剩有少量乙醚为止。

取下底瓶，将其内容物移入已烘干至恒重的扁形称量瓶中，并用少量乙醚分次漂洗底瓶，洗液亦倾入称量瓶中。将称量瓶置水浴上，小心地加热以蒸去多余的溶剂。最后擦净称量瓶外部，置入烘箱中，于100~105°C，烘干至恒重。

乙醚抽出物含量（X），以%表示，按下式计算：

$$X = \frac{(G_1 - G)100}{G_2(100 - W)} \times 100$$

式中：G……扁形称量瓶重（g）；

G₁……扁形称量瓶连同已烘干残余物重（g）；

G₂……风干试样重（g）；

W……试样水份（%）。

〔注〕：抽提完毕，如发现抽出物中有滤纸毛或其它固形物，则应通过滤纸将抽出液滤入称量瓶中，再用少量乙醚分次漂洗底瓶及滤纸。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.05。

造纸原料苯醇抽出物含量的测定

国家标准（草案）

测定方法是用苯醇混合液抽提试样，然后将抽出液蒸发，烘干。称量不挥发的残渣量。苯醇抽出物包括原料中所含有的树脂，蜡及脂肪以及一些乙醚不溶物如单宁及色素等。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器、器皿及试剂

- (1) 容量 150 毫升索氏抽提器。
- (2) 具有温度调节器的水浴。
- (3) 烘箱。
- (4) 扁形称量瓶。
- (5) 苯醇混合液 2:1。

三、测定方法和计算

精确称取 2~3 克（称准至 0.0001 克）试样（同时另称取试样测定水份），用预先经苯醇混合液抽提的滤纸包好（不可包得太紧，但亦应防止过松，以免漏出）。置入索氏抽提器中，加入苯醇混合液至超过其溢流水平，装上冷凝器。并

将仪器放在水浴中，加热程度以保持底瓶中苯醇混合液剧烈沸腾，抽提液每小时约循环不少于4次，如此抽提6小时。抽提完毕后，提起冷凝器，用夹子小心地从抽提器中取出盛有试样的纸包，然后将冷凝器重新和抽提器连接起，回收一部份溶剂，直至底瓶中仅剩有少量苯醇混合液为止。

取下底瓶，将其内容物移入已烘干恒重的扁形称量瓶中，并用苯醇混合液漂洗底瓶3~4次，每次用极少量混合液，洗液亦应倾入称量瓶中，将称量瓶置水浴上，小心地加热以蒸去多余的溶剂。最后擦净称量瓶外部置入烘箱于100~105°C，烘干至恒重。

苯醇抽出物含量 (X)，以%表示，按下式计算：

$$X = \frac{(G_1 - G)100}{G_2(100 - W)} \times 100$$

式中：G……扁形称量瓶重 (g)；

G_1 ……扁形称量瓶连同已烘干残余物重 (g)；

G_2 ……风干试样重 (g)；

W……试样水份 (%)。

(注)：抽提完毕，如发现抽出物中有滤纸毛或其它固形物。则应通过滤纸将抽出液滤入称量瓶中，再用少量苯醇混合液分次漂洗底瓶及滤纸。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.1。

造纸原料木素含量的测定

国家标准（草案）

测定方法是用 72% 硫酸水解已用苯醇抽提过的原料试样，从而定量地测定其残余物（木素）量。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器、器皿及试剂

- (1) 有温度调节器的水浴。
- (2) 容量 150 毫升索氏抽提器。
- (3) 容量 250 毫升有磨口玻塞的锥形瓶。
- (4) 容量 1000 毫升锥形瓶。
- (5) 比重计。
- (6) 苯醇混合液 2:1。
- (7) 72±0.1% 硫酸溶液。
- (8) 10% BaCl₂ 溶液。

三、测定方法和计算

精确称取 1 克（称准至 0.0001 克）试样。用定性滤纸包好，并用线扎住，放入索氏抽提器中（同时另称取试样测定水份），加入苯醇混合液，置沸水浴中抽提 6 小时（控制抽

提液循环次数约为每小时4次)。将试样取出风干。解开滤纸包，用洁净毛笔仔细将其刷入容量250毫升具有磨口玻塞的锥形瓶中。加入预先冷至12~15°C的72%硫酸15毫升，塞紧瓶塞，摇荡1分钟，使试样全部为酸所浸渍。然后将锥形瓶置入预先调节温度为18~20°C的恒温槽中，并在此温度下保温一定时间（木材原料保温2小时，非木材原料保温2½小时），并经常摇荡锥形瓶内容物。

到达规定时间后，将锥形瓶内容物移入容量1000毫升锥形瓶中，用蒸馏水吹洗锥形瓶，将所有残渣全部洗入1000毫升锥形瓶中，所有洗液亦倾入该锥形瓶中，然后加水稀释至酸的浓度成为3%。加入蒸馏水的量，包括吹洗所用水在内，总体积为560毫升。

将大的锥形瓶装上回流冷凝器，煮沸4小时，静置，以便不溶物沉积下来。用已恒重的紧密滤纸（滤纸应预先用3%硫酸溶液洗涤3~4次。再用热蒸馏水洗涤至洗液不呈酸性反应。再烘干至恒重）。过滤，再用热蒸馏水洗涤，至洗液用10%BaCl₂溶液试之，不现混浊为止。然后将滤纸连同残渣移入一称量瓶中，置入100~105°C烘箱中烘干至恒重。即得木素重。

如为非木材原料，则尚须测定木素中所含的灰份。如此可将已烘干至恒重的带有残渣的滤纸移入已恒重的磁坩锅中，先于较低温度灼烧至滤纸全部灰化，再置入高温炉中，在不超过600°C的温度下灼烧至灰渣中无黑色碳素，并恒重为止。

木素含量(X)，以%表示，按下式计算：

$$(1) \text{木材原料中木素含量 } X = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2(100 - W)} \times 100$$

式中：G……滤纸烘干后的重量（g）；

G₁……烘干后的滤纸连同残渣重（g）；

G₂……风干试样重（g）；

W……试样水份（%）。

(2) 非木材原料中木素含量X：

$$X = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2(100 - W)} \times 100 - \frac{(G_3 - G_4) \times 100}{G_2(100 - W)} \times 100$$

式中：G、G₁、G₂、W与(1)同；

G₃……灼烧后的坩埚连同灰渣重（g）；

G₄……坩埚重（g）。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.2。

注：过滤木素沉淀时可用1G3玻璃滤器过滤，先将玻璃滤器烘至恒重。如系非木材原料还应将玻璃滤器置于500—650°C高温炉中灼烧至恒重。

造纸原料多戊醣含量的测定

国家标准（草案）

测定方法是使原料与12%盐酸溶液共同加热，以便其中多戊糖转化为糠醛，并用容量法测定蒸馏出来的糠醛。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器、器皿及试剂

（1）糠醛蒸馏装置（图见GB745—65）。其组成如下：

容量500毫升的圆底烧瓶；

具有30毫升间隔刻度、容量为150毫升的滴液漏斗；

直形或球形冷凝器；

容量500毫升的量筒。

（2）油浴锅。

（3）200°C水银温度计。

（4）容量500毫升量瓶。

（5）容量500毫升具有磨口玻塞的锥形瓶。

（6）容量100毫升及25毫升吸移管。

（7）容量50毫升滴定管。

（8）12% HCl溶液。

（9）溴化钠—溴酸钠混合液。

- (10) 0.1 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液。
- (11) 10% 碘化钾溶液。
- (12) 醋酸苯胺溶液。
- (13) 1N NaOH 溶液。
- (14) 0.5% 淀粉溶液。
- (15) 0.1% 酚酞指示剂。
- (16) 一级氯化钠。
- (17) 粗甘油。

三、测定方法和计算

(1) 二溴化法

精确称取一定量（原料中多戊糖含量高于12%者称取0.5克，低于12%者，称取1克）试样，（称准至0.0001克）于洁净平滑纸上（同时另称取试样测定水份），再将其移入容量500毫升圆底烧瓶中。加入10克氯化钠，再加入100毫升12% HCl 溶液。将烧瓶置入预先热至 170°C 的甘油浴中，并注意勿使触及油浴底部，装上冷凝器及滴液漏斗，漏斗中盛有一定量12% HCl 。此时烧瓶内容物即行沸腾。调节油浴下万能电炉温度，使蒸馏速度为每10分钟馏出液为30毫升。此后每当已馏出30毫升馏出液，即从滴液漏斗中加入30毫升12% HCl 于烧瓶中。至总共蒸馏出300毫升馏出液后，用醋酸苯胺液检验糠醛是否蒸馏完全。为此用一试管从冷凝器的下端集取1毫升馏出液，加入1~2滴酚酞指示剂液，滴入1N NaOH 液中和至恰现微红色，然后加入1毫升新配制的醋酸苯胺溶液。放置10分钟后，如现红色，则证实糠醛尚未蒸馏完毕，仍须继续蒸馏，如不现红色，则示蒸馏完毕。

糠醛蒸馏完毕之后，将馏出液移入容量为 500 毫升的量瓶中，瓶口应塞紧，用少量 12% HCl 漂洗量筒两次。将全部洗液倾入量瓶中，然后加入 12% HCl 至其刻度。

用吸移管自量瓶中吸取 200 毫升馏出液于容量 1000 毫升带有磨口玻塞的锥形瓶中，加入 250 克用蒸馏水制成的碎冰，当锥形瓶中溶液降至 0°C 时，用吸移管准确加入 25 毫升溴化钠—溴酸钠溶液迅速塞紧瓶塞，放置暗处恰为 5 分钟，此时溶液温度仍保持在 0°C。

等到达到规定时间后，加 10 毫升 10% KI 溶液于锥形瓶中，重复塞紧瓶塞，摇匀，放置 5 分钟，用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液滴定析出的碘。在快到达终点前，加入 2~3 毫升 0.5% 淀粉溶液，继续滴定，至蓝色恰行退灭。

另行吸取 200 毫升 12% HCl，按同样手续进行空白试验。

糠醛含量 (X)，以 % 表示，按下式计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.048 \times N \times 500 \times 100}{200G(100 - W)} \times 100$$

木材原料中多戊糖百分含量按下式计算：

$$\text{多戊糖}\% = \text{糠醛}\% \times 1.88$$

非木材原料中多戊糖含量按下式计算：

$$\text{多戊糖}\% = \text{糠醛}\% \times 1.38$$

式中：0.048……与 1 毫升 1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液相当的糠醛量；

V_1 ……空白试验时所耗用的 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液量 (毫升)；

V_2 ……样品滴定时所耗用的 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液量 (毫升)；

G……风干试样重克；

W……试样水份%；

N…… $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液的当量浓度；

1.38……糠醛换算为多戊糖的理论换算因数；

1.88……根据多戊糖只有73%转化为糠醛的换算
因数。

(2) 四溴化法：

蒸馏及配制试样溶液的手续与二溴化法完全相同。

用吸移管自量瓶中吸取200毫升馏出液，于容量500毫升带有磨口玻塞的锥形瓶中，加入25毫升溴化钠—溴酸钠溶液。迅速塞紧瓶塞，在黑暗处静置1小时（此时室温应为 $20^\circ-25^\circ\text{C}$ ，否则应将锥形瓶放置恒温浴中，保持温度在所规定的范围内）。

等到达规定时间后，加10毫升10%KI溶液于锥形瓶中，重复塞紧瓶塞摇匀，放在黑暗处静置5分钟。然后用0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液滴定析出的碘，在快达到终点时，加入2~3毫升0.5%淀粉溶液，继续滴定至蓝色恰行退灭。

另行吸取200毫升12% HCl，按同样手续进行空白试验。
糠醛含量(X)，以%表示，按下式计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.024 \times N \times 500 \times 100}{200G(100 - W)} \times 100$$

木材原料中多戊糖含量按下式计算：

$$\text{多戊糖}\% = \frac{\text{糠醛}\%}{0.6} \times 1.88$$

非木材原料中多戊糖百分含量按下式计算：

$$\text{多戊糖}\% = \text{糠醛}\% \times 1.38$$

式中： V_1 ……空白试验时所耗用的0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液

量毫升；

V_2 ……试样测定时所耗用的 $0.1N Na_2S_2O_8$ 溶液毫升；

G……风干试样重克；

W……试样水分%；

0.024……与 1 毫升 $1N Na_2S_2O_8$ 溶液相当的糖醛量；

N…… $Na_2S_2O_8$ 标准溶液的当量浓度。

注：二溴化法与四溴化法准确度相等，四溴化法一定要控制温度不得低于 $20^{\circ}C$ ，亦不得高于 $25^{\circ}C$ ，温度低会造成结果偏低，反之则会偏高。二溴化法系在零度时进行溴化，无此问题，但因其需用冰，不具有电气冰箱者，即感不便，因此将两个方法并列，以供选择。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，要求准确到小数后第二位。两次测定计算值间误差不应超过 0.4%。

造纸原料综纤维素含量的测定

国家标准（草案）

综纤维素是指植物原料在除去木素后所保留的全部半纤维素及纤维素的总量。测定方法是用亚氯酸钠处理已抽出树脂的试样以除去其中所含有的木素，从而定量地测定残留余物（综纤维）量。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器、器皿及试剂

- (1) 能调节温度的恒温水浴；
- (2) 索氏抽提器（容量150毫升）；
- (3) 容量250毫升锥形瓶；
- (4) 容量25毫升锥形瓶；
- (5) 1G2玻璃滤器；
- (6) 化学纯乙醇。
- (7) 化学纯乙醚。
- (8) 化学纯亚氯酸钠。
- (9) 化学纯冰醋酸。

三、测定方法和计算

精确称取2克（称准至0.0001克）试样，用滤纸包好，

并用线扎住，放入索氏抽提器中（同时另称取试样测定水份），加入乙醇，置沸水浴中抽提6小时（控制抽提液循环次数约为每小时4次），乙醇抽提完毕后，另换一底瓶，加入乙醚，置水浴上抽提2小时（控制抽提液循环次数约为每小时6次）。将试样取出风干，解开滤纸包，仔细移入容量250毫升锥形瓶中，加入65毫升蒸馏水，10滴（0.5毫升）冰醋酸及0.6克亚氯酸钠，摇匀。在锥形瓶口上倒扣一容量25毫升的小锥形瓶，放在75°C恒温水浴中加热1小时。在加热过程中，应经常旋转并摇动锥形瓶。1小时后，不必等溶液冷却，可再加入10滴（0.5毫升）冰醋酸及0.6克亚氯酸钠，摇匀，继续在75°C水浴中加热1小时。如此重复进行，直至试样变白，木素含量在2—4%为止。

最后将锥形瓶自水浴中取出，放进冰水中冷却。用已恒重的1G2玻璃滤器过滤，用冰冷的蒸馏水反复洗涤至洗液不呈酸性反应为止。最后用丙酮洗涤3次。吸干洗液，取出滤器，用蒸馏水将滤器外部吹洗洁净，移入烘箱，于105°±3°C烘干至恒重。冷却，称重，所增之重，即为综纤维素量。

如为草类原料，则尚须测定综纤维素中所含之灰份，为此可将已恒重的盛有综纤维素的玻璃滤器置入一较大的磁坩埚中，移入高温炉，徐徐升温至500~550°C，并继续保持此温度灼烧，直至残渣全部灰化并达恒重为止。

综纤维素含量（X）以%表示，按下式计算：

$$(1) \text{ 木材原料, } X = \frac{(G_1 - G)100}{G_2(100 - W)} \times 100$$

式中：G……烘干后的玻璃滤器重（g）；

G_1 ……盛有烘干综纤维素的玻璃器皿重 (g) ;

G_2 ……风干试样重 (g) ;

W ……试样水份 (%) 。

(2) 草类原料,

$$X = \frac{(G_1 - G)100}{G_2(100 - W)} \times 100 - \frac{(G_3 - G_4)100}{G_2(100 - W)} \times 100$$

式中: G 、 G_1 、 G_2 、 W 与(1)同;

G_3 ……灼烧后玻璃滤器连同灰份重 (g) ;

G_4 ……灼烧后玻璃滤器重 (g) 。

同时进行两次测定, 取其算术平均值作为测定结果, 要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过 0.4%。

造纸原料中克贝纤维素的测定

国家标准（草案）

本方法是用氯水连续处理试样，使生成的氯化木素溶于热的亚硫酸钠溶液中，剩余残渣经过滤、洗涤并烘干，称量，计算的结果即作为原料中克贝纤维素含量。

一、取样及处理

按照“造纸原料分析用试样的采取”进行。

二、应用仪器及试剂

1. 恒温水浴。
2. 真空泵。
3. 真空吸滤瓶。
4. 恒温电烘箱。
5. 1G2玻璃滤器。
6. 容量250ml的烧杯。
7. 氯水含氯量 6 ± 0.5 克/升，应于使用时当天制备。
8. H_2SO_3 溶液—约0.16N (H_2SO_3 6.5克/立升)。或用市售 H_2SO_3 （分析纯）水溶液，配制为大约0.16N亦可。
9. 2% Na_2SO_3 溶液，此溶液必须在使用前配制，存放时间最多不超过一天。
10. 0.1%化学纯 NH_4OH 溶液。
11. 1%化学纯醋酸溶液。

12. 95%化学纯乙醇溶液，

13. 化学纯乙醚溶液。

14. 苯醇混合液 2:1。

三、测定方法和计算：

精确称取 2 克（称准至 0.0001 克）试样，用定性滤纸包好，并用线扎住，放入索氏抽提器中（同时称取试样测定水份），加入苯醇混合液，置沸水浴上抽提 8 小时，然后将试样取出风干。

第一次氯化：用洁净毛笔将已抽提过的试样仔细移入 250ml 烧杯中，加入 100ml 蒸馏水，煮沸 6 分钟。然后用已恒重的 1G2 玻璃滤器过滤，用热水洗至溶液无色，再用冷水洗 1~2 次，用吸滤法除去过多之水，将此湿的试样倒回原烧杯中（尽可能全部倒入），加入 100ml 氯水（同时，在滤器中也加满氯水，放入另一烧杯中，使滤器中残余的试样也能与氯水作用）。在烧杯上盖上表面皿，将其置于流动的冷水中 9 分钟。当 9 分钟刚到达前，用真空吸滤法除去滤器中之氯水。9 分钟到达时将烧杯中试样移至滤器中，并过滤。再加 50ml 氯水至滤器中，继续进行氯化。50ml 氯水应分次加入，并吸滤，全部操作应在 6 分钟（连同上述 9 分钟共 15 分钟）内完成。随即加入 25ml H_2SO_4 于滤器中，以中和氯。滤去滤器中的溶液，用 50ml 冷水洗涤，并除去过多的水。移试样于烧杯中，加入 100ml Na_2SO_3 溶液，煮沸，并不断搅拌，以防止蹦跳。将烧杯盖上表面皿，置于沸水浴中 30 分钟。滤器中也加满 Na_2SO_3 溶液，放在另一个 100ml 烧杯中，与试样同样加热。其后，在滤器中过滤烧杯中的试样，用热水洗

涤直至滤液无色，再用冷水洗 1~2 次，并吸滤出过多的水。

第二次氯化：在室温下，用 100ml 氯水，将过滤器中之试样准确地进行氯化 10 分钟（用秒表计时）。100ml 氯水分四次加入，每次 25ml。即从 0 分钟开始加 25ml，至 2 分钟时加第二次的 25ml，至 4 分钟时加第三次的 25ml，至 7 分钟时加四次的 25ml。至 9 分钟时将滤器吸滤。准确地至 10 分钟时，加 25ml Na_2SO_3 溶液于滤器中。用冷水洗涤试样两次，将试样移入烧杯中，加入 100ml Na_2SO_3 溶液煮沸，并在水浴上加热 30 分钟。滤器中残余试样之处理以及过滤和洗涤均同前所述。

第三次氯化：在室温下，用总量为 50ml 的氯水处理滤器中之试样 5 分钟，至 2 分钟时更换氯水一次（即先加入 50ml 氯水的一部份于滤器中，2 分钟后吸滤，再加入剩余的一部份）。5 分钟后加 25ml H_2SO_4 ，以终止氯化反应，用冷水洗涤两次。移试样于烧杯中，加 100ml Na_2SO_3 。在加热之前，应注意观察溶液颜色。如仍现红色，表示还需再行氯化，即重复第三次氯化操作，直至氯——亚硫酸钠反应不再出现淡红色为止。洗涤试样如前所述。如在第四次氯化后溶液颜色很浅，则应再加 25ml 氯水进行最后一次氯化，处理时间应限制为 3 分钟，并减少 Na_2SO_3 抽提时间到 20 分钟。

测定的完成：最后一次用 Na_2SO_3 抽提后，将试样在滤器中过滤，同时加热水洗纤维素，直至滤液清亮。再将纤维素用 100ml 热水移至烧杯中（尽可能全部移入），并在沸水浴上加热 30 分钟。滤器则放在另一烧杯中，加热水同样加热。30 分钟后，将纤维素滤于滤器中，依次用 50ml 氨水，50ml 醋酸，50ml 冷水，50ml 氨水洗涤，再用 500ml 热水充

分洗涤，最后用酒精洗两次，再用乙醚洗两次，尽可能将乙醚吸滤除去。用蒸馏水将滤器外部吹洗洁净，将盛有纤维素之滤器，置于 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 烘箱中烘干至恒重。

如为草类原料，则尚需测定其中所含之灰分。为此，可将烘干恒重后带有残渣的滤器置于一较大的磁坩埚中，一并移入高温炉内，徐徐升温至 500°C ，至残渣全部灰化并达恒重为止。

如测定草类原料中的纤维素，空的玻璃滤器应先放入一较大的磁坩埚中，置入高温炉内于 500°C 灼烧恒重，再置于 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至恒重。记录这两个恒重数字。

计算：

$$(甲) \text{ 木材原料纤维素} \% = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2(100 - W)} \times 100$$

式中：G……空的玻璃滤器烘干后的重，克；

G_1 ……经烘干后玻璃滤器连同残渣的重，克；

G_2 ……风干试样重，克；

W……试样水份，%。

(乙) 草类原料纤维素%

$$= \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2(100 - W)} \times 100 - \frac{(G_3 - G_4) \times 100}{G_2(100 - W)} \times 100$$

式中：G、 G_1 、 G_2 、W与(甲)同。

G_3 ……灼烧后玻璃滤器连同灰份的重量，克；

G_4 ……空的玻璃滤器灼烧后的重量，克。

两次平行试验的计算值之间的误差不得大于0.5%。

注：每次氯化时间必须严格控制，否则会造成两次平行试验之间的误差较大。

造纸原料果胶含量的测定

(QB 108-61)

本标准适用于重量法和比色法两种测定木材原料所含之果胶。

重量法

用以测定含果胶量较高的树皮等原料所含的果胶：测定方法是基于用草酸铵溶液抽出原料中的果胶物质，再加入含有盐酸的乙醇，使果胶从抽出液中分出。然后用氢氧化铵溶解所得的果胶物质，再加入氢氧化钠使所有果胶物质皆被水解，变成可溶性的果胶酸盐。最后用氯化钙沉淀为果胶酸钙。根据果胶酸钙含量的多寡，以确定果胶物质含量。

1. 应用仪器及器皿

- (1) 有温度调节器的电水浴。
- (2) 索氏抽提器。
- (3) 回流冷凝器。

2. 应用试剂及溶液

苯醇混合液 (2:1)。

1%草酸铵溶液。

0.5%草酸铵溶液。

含有盐酸的乙醇溶液。

0.1N氢氧化钠溶液。

1N醋酸溶液。

1M氯化钙溶液。

3. 试样的准备

取风干树皮试样，切成小碎块。置入粉碎机中磨碎过筛，截取能通过60目筛，但不能通过30目筛的部分，充分和匀后作为试样。

4. 测定方法和计算

精确称取1克（称准至0.0001克）粉碎试样（同时另称取试样测定水分）用定性滤纸包好。并用线扎住。放入抽提器中，加入苯醇混合液，置沸水浴抽提6小时，将试样取出、凉干。解开滤纸包，用洁净毛笔仔细将其刷入容量500毫升锥形瓶中。加入100毫升1% $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液，装上回流冷凝器。放在沸水浴中加热3小时。用倾泻法滤出抽出液，尽量保留残渣于锥形瓶中。勿使流入滤纸，再加100毫升0.5% $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液于锥形瓶中，装上回流冷凝器，重新置入沸水浴中，加热3小时。用上次所用之滤纸滤出抽出液。再用热水洗涤残渣及滤纸3次。合并两次所得滤液及洗液，于容量500毫升烧杯中，置水浴上蒸浓至约为70—80毫升，移入100毫升量瓶，加水至刻度，摇匀，吸移25毫升于500毫升烧杯中，然后在不断搅和下，徐徐加入90毫升

含有盐酸的乙醇溶液。静置隔夜，过滤。以含有盐酸的乙醇液洗涤沉淀出的果胶物质，至洗液不含有草酸盐为止（吸取1毫升洗液于试管中，加入1毫升含有少量醋酸钠的氯化钙溶液如不现混浊，则表示不含有草酸盐）。

倾50毫升热 NH_4OH 液（50毫升沸水与1毫升比重为0.9的化学纯 NH_4OH 混合而成）于滤纸上，以溶解沉淀物。集滤液于原进行沉淀的烧杯中。取下滤纸，放入另一小烧杯中，加入25毫升稀 NH_4OH 溶液（100毫升水中含有数滴比重为0.9的 NH_4OH ）煮沸数分钟，过滤后再倾少量热水，于盛有滤纸的烧杯中，煮沸数分钟，过滤。如此重复2~3次。集所有滤液于原进行沉淀的烧杯中，加入100毫升0.1N NaOH 溶液，用玻棒搅和均匀，静置12小时。

加入50毫升1N HAC 溶液，搅匀静置5分钟后，加入50毫升1M CaCl_2 溶液搅匀、静置1小时后，煮沸5分钟。趁热时滤经业已恒重的滤纸，以热水洗涤至洗涤水不含有氯化物。然后将带有沉淀的滤纸、置入扁形称量瓶中，移入烘箱，于 $100\sim 105^\circ\text{C}$ 烘干至恒重。

$$\text{果胶酸钙}\% = \frac{(G_1 - G) \times 100 \times 100}{25G_2(100 - W)} \times 100$$

式中：G——滤纸烘干后的重量（克）；

G_1 ——经烘干的滤纸连同残渣重（克）；

G_2 ——风干试样重（克）；

W——试样水份（%）。

比色法（略）

1. 木材原料 我国造纸原料化学成分分析表*

种类	产地	水份 (%)	灰份 (%)	溶液抽出物 (%)				多缩戊糖 (%)	蛋白质 (%)	果胶 (%)	木质素 (%)	纤维素 (%)	多缩分解乳糖 (%)	多缩葡萄糖 (%)	
				冷水	热水	乙醇	1% NaOH 液								
															溶水
杉	川西	10.97	0.78	1.42	2.68	—	0.37	12.43	11.62	0.62	1.32	28.43	46.92	1.10	4.76
紫杉	川西	10.74	0.72	1.56	2.49	—	0.42	11.56	12.12	0.68	1.21	28.58	45.87	1.68	5.14
鱼鳞松	东北	9.32	0.31	0.95	2.35	—	0.89	10.68	11.45	0.57	1.28	29.12	48.45	0.44	5.16
毛紫冷杉	川西	11.61	0.99	1.92	4.56	—	0.24	14.51	10.79	0.72	1.08	31.65	45.93	0.56	4.95
法氏冷杉	川西	11.13	1.21	2.42	5.16	—	0.15	15.62	10.50	0.76	1.01	30.54	46.45	0.21	5.02
臭松	东北	9.62	0.58	1.34	2.81	—	0.96	11.76	11.57	0.54	1.01	30.85	49.92	0.41	5.45
沙松	东北	9.63	0.47	1.46	3.47	—	0.65	12.75	10.18	0.69	1.04	30.06	49.72	0.25	6.24
真杉	福建	10.70	0.21	3.08	6.02	—	0.45	16.70	11.65	0.78	1.02	32.67	46.11	1.21	4.45
柳杉	浙江	10.48	0.35	1.09	2.96	—	0.36	21.28	11.86	0.80	1.12	32.47	48.37	0.62	5.32
马尾松	四川	11.47	0.33	2.21	6.77	—	4.43	22.87	8.54	0.86	0.94	28.42	51.86	0.54	6.00
落叶松	内蒙	11.67	0.36	0.59	1.90	—	1.20	13.03	11.27	—	0.89	27.44	52.55*	—	—
红松	东北	9.64	0.42	2.69	4.15	—	4.69	17.55	10.46	—	0.78	27.69	53.12*	—	—
柏木	四川	10.28	0.41	3.42	4.56	—	2.43	17.07	10.69	0.89	1.10	32.44	44.16	0.73	4.20
榉木	内蒙	12.34	0.82	1.69	2.36	—	2.16	21.32	26.90	—	1.69	22.91	53.43*	—	—
杨木	河北	11.31	0.32	1.38	2.46	—	0.23	15.61	22.61	0.73	1.76	17.10	43.24	0.86	0
云南松	云南	9.53	0.23	—	—	—	2.44	11.28	8.91	—	—	24.93	48.87	—	—
黄松	广西	8.46	0.26	—	—	—	2.16	12.19	9.94	—	—	26.42	45.51	—	—

根据《造纸工业》1955年第二期第10~12页及轻工业部科学设计院造纸所各种造纸原料分析结果, 纤维素系采用硫酸乙醇法

2. 竹类原料

种类	产地	水份 (%)	灰份 (%)	溶液抽出物 (%)				果胶 (%)	多缩戊糖 (%)	木质素 (%)	纤维素 (%)
				冷水	热水	苯醇	乙醚				
毛竹	福建	12.14	1.10	2.38	5.96	—	0.66	30.98	21.12	30.87	45.50
毛竹	湖南	6.30	1.03	—	7.68	5.16	—	27.49	23.71	26.62	52.57*
小毛竹	甘肃天水	9.82	1.23	—	—	4.58	—	24.73	21.56	23.40	46.50
毛竹	广西	9.55	0.97	—	—	—	—	23.40	22.56	25.56	43.44
毛竹	安徽	13.44	1.55	—	—	—	—	26.46	21.91	25.31	42.33
慈竹	四川	12.56	1.20	2.42	6.76	—	0.71	31.24	25.41	31.28	44.35
白夹竹	四川	12.48	1.43	2.13	5.24	—	0.58	28.85	22.64	33.46	46.47
绿竹	广东	8.25	1.76	—	—	6.60	—	26.86	17.45	23.00	49.55
金丹	广西	9.21	1.17	—	—	—	—	22.43	21.29	26.24	46.18
金丹	广西	9.12	1.93	—	—	—	—	23.46	18.54	23.55	47.88
黄竹	广西	9.31	2.91	—	—	—	—	26.06	17.97	22.88	49.96
甜竹	广西	9.23	3.64	—	—	—	—	21.55	19.56	25.16	49.22
杂竹	宁夏	6.31	1.43	—	—	5.55	—	29.92	23.15	22.22	41.85
苔竹	湖南	13.44	1.51	—	—	—	—	26.38	20.77	25.33	44.55
水竹	湖南	9.57	1.38	—	—	—	—	26.33	21.15	24.69	43.01

3. 草类原料

种 类	产 地	水 份 (%)	灰 份 (%)	溶 液 抽 出 物 (%)				果 胶 (%)	蛋 白 质 (%)	水 质 素 多 糖 戊 纤 维 素	
				冷 水	热 水	乙 醚	苯 醇			1% NaOH 液	(%)
芦 芦	河北	14.13	2.96	2.12	10.69	0.74	—	0.25	3.40	25.40	22.46
芦 芦	天津	10.49	5.82	—	—	—	3.77	—	—	19.25	25.13
芦 芦	江苏	9.63	1.42	—	—	—	2.32	—	—	20.35	25.39
芦 芦	湖北	10.50	2.23	—	—	—	2.39	—	—	20.72	23.40
芦 芦	河南	13.86	2.06	4.58	12.30	0.68	—	0.21	4.50	23.90	20.82
芦 芦	四川	10.65	6.04	5.38	23.15	0.51	—	0.30	2.30	22.34	25.56
棉 玉 小	川 龙	12.46	9.47	8.12	25.65	0.72	—	3.51	3.14	23.16	20.76
高 粱	河南	9.64	4.66	10.65	20.40	0.56	8.92	0.45	3.83	18.38	24.58
稻 草	江苏	5.84	2.74	—	—	—	—	—	—	18.68	20.68
稻 草	浙江	9.43	4.76	8.08	13.88	0.10	—	—	1.81	22.52	24.40
稻 草	安徽	11.12	2.95	8.30	10.54	1.69	—	1.08	—	16.52	25.98
稻 草	安徽	9.87	15.50	6.85	28.50	0.65	—	0.21	6.04	14.05	18.08
稻 草	浙江	—	—	—	—	—	8.43	—	—	11.23	19.55
稻 草	安徽	—	13.39	—	—	—	3.64	—	—	11.66	22.45
稻 草	安徽	—	16.79	—	—	—	4.05	—	—	8.32	20.15
稻 草	安徽	—	—	—	—	—	5.27	—	—	11.93	19.80
稻 草	安徽	14.00	14.15	—	—	—	6.68	—	—	9.49	21.08
稻 草	安徽	12.53	12.85	—	—	—	58.04	—	—	10.11	21.67
稻 草	安徽	6.24	6.73	—	—	—	2.54	—	—	17.68	24.82
毛 蔗	四川	10.35	3.66	7.63	16.88	0.85	—	0.26	3.42	19.30	23.51
蔗 龙	四川	9.92	3.28	—	—	—	41.30	—	—	20.58	25.43
蔗 龙	四川	9.57	6.09	—	—	—	43.80	—	—	12.62	22.75

4. 麻类原料

种类	产地	水份 (%)		溶液抽出口 (%)			1%NaOH液	多缩戊糖 (%)	木质素 (%)	果胶 (%)	纤维素 (%)
		(%)	(%)	冷水	热水	乙醇					
线麻	河北	9.25	2.85	6.45	10.50	5.03	6.72	4.91	4.03	2.00	69.51*
青麻	河北	8.89	1.26	2.55	3.92	4.89	4.06	18.79	15.42	0.37	57.84*
剑麻	海南岛	8.53	0.64	—	—	—	1.41	18.87	8.51	—	59.78
苧麻一级	四川	6.60	2.93	4.08	6.29	—	—	—	1.81	3.41	82.81
苧麻二级	四川	6.70	3.01	4.27	6.66	—	—	—	1.47	0.62	82.32
苧麻三级	四川	6.22	4.78	6.20	7.09	—	—	—	1.96	0.19	76.40
黄麻	四川	9.40	5.15	8.94	—	—	—	—	11.78	0.38	65.32

5. 树皮原料

种类 (内皮)	产地	水份 (%)		溶液抽出口 (%)			1%NaOH液	多缩戊糖 (%)	蛋白质 (%)	木质素 (%)	果胶 (%)	纤维素 (%)
		(%)	(%)	冷水	热水	乙醇						
桑皮	河北	4.40	—	—	2.39	3.37	35.47	10.42	6.13	8.74	8.84	54.81
构皮	贵州	11.25	2.70	5.85	18.92	2.31	44.61	9.46	6.04	14.32	9.46	39.08
雁皮	浙江	10.37	2.48	6.70	17.41	3.01	41.20	12.45	5.10	17.46	12.84	38.49
三桠	贵州	12.43	3.23	7.25	18.91	4.63	35.42	10.12	5.54	12.15	8.81	40.52
槐皮	安徽	11.66	4.79	6.45	20.18	4.75	32.45	8.14	4.25	10.31	5.60	40.02

(注) 1. 以上结果, 除水份外, 余皆为烘干样品中百分含量。
2. 有(*) 记号者为用说哥氧化法测得的纤维素。

化学纸浆平均试样的采取方法

(GB 740-65)

本标准适用于成件或成卷供应的化学纸浆平均试样的采取。

1. 以一个合同所规定交货的、同一牌号和同一等级的商品化学纸浆的数量为一批，但不得超过30吨。

2. 供化学加工用的化学纸浆试样的采取，应以相同的蒸煮或漂白工艺条件生产的产品作为一批。

3. 采取平均试样前，应对该批产品进行外部检查，以确定其包装情况、保管条件以及该批产品的牌号和等级是否一致。

4. 整批商品中包装单位的采取

(1) 将整批商品中的包装单位依次编号，然后取出编号不相邻近的包装单位。

(2) 所采取的包装单位数量为该批产品包装单位的总数的3%，但不得少于3个包装单位。

采取供测定水分的试样时，若各个试样之间水分的最大值和最小值之差，超过测得的平均值的20%时，应采取双倍数量的包装单位进行取样。

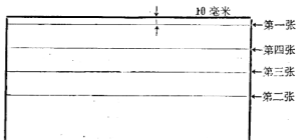
5. 包装单位中平均试样的采取

从取出的包装单位中按下述方法采取4张浆板：

第一张——从包装单位的上部或下部10毫米处抽取。

第二张——从包装单位的中部抽取。

第三张和第四张——从包装单位的上部或下部距包装单位中部1/3和2/3处抽取。



从卷筒浆板中采取试样时，先沿轴向将卷筒切开，摊平后按上述方法采取。

将采取出的平均试样沿对角线切取宽30毫米和60毫米的小条。

宽30毫米的小条供测定该批化学纸浆水分用。因此，应直接从采样地点将小条置于干燥洁净的玻璃瓶中，用塞子塞紧。

宽60毫米的小条供化学分析用。为此，将浆板撕碎，用水浸泡约4小时，在湿浆解离器（或其他离散设备）中加水分散成纤维状（不得留有浆块或纤维束），然后用复盖有洁净白布的铜网在手抄纸器（或其他成型设备）上抄成定量约40克/米²的浆片，不必挤压，连同白布一并风干。最后将浆片由白布上取下，撕成5×5毫米的小块，置于干燥洁净的玻璃瓶中，用塞子塞紧，放置过夜使试样的水分达到平衡，供化学分析用。

其余部分的浆板供测定尘埃用。

化学纸浆分析试样水分的测定

(GB 741-65)

本测定方法是根据化学纸浆在 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 烘干至恒重时所失去的重量而求得的。

1. 取样及处理

按 GB 740—65 “化学纸浆平均试样的采取方法” 进行。

2. 仪器

- (1) 有温度调节器的恒温烘箱。
- (2) 干燥器。
- (3) 扁形称量瓶。

3. 试验步骤和结果计算

精确称取 1 ~ 2 克试样 (称准至 0.0001 克), 放入已烘干至恒重的扁形称量瓶中, 打开称量瓶盖, 连盖一起放入烘箱中, 于 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 烘干。当烘干结束时, 应在烘箱中将称量瓶加盖, 移入干燥器中, 冷却后称重, 重复上述操作直至恒重。

水分含量 X (%) 按下式计算:

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G} \times 100$$

式中：G——扁形称量瓶重量，克；

G_1 ——扁形称量瓶与试样在烘干前的重量，克；

G_2 ——扁形称量瓶与试样在烘干后的重量，克。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，数字修约至小数点后第二位，两次测定计算值间误差不应超过0.2%。

化学纸浆灰分的测定法

(GB 742-65)

本测定方法是将试样燃烧并灼烧后，称其矿物性残渣的重量。

1. 取样及处理

按 GB 740—65 “化学纸浆平均试样的采取方法”进行。

2. 仪器

- (1) 高温炉。
- (2) 瓷坩埚或铂坩埚。
- (3) 干燥器。

3. 试验步骤和结果计算

精确称取按表 1 规定的试样（称准至 0.0001 克）于预先灼烧至恒重的瓷或铂坩埚中（同时另称取试样测定水分）。先在电炉或煤气灯上仔细燃烧，使其炭化，然后将坩埚移入高温炉中。在 $575 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧至灰渣中无黑色炭素并恒重为止。

灰分含量 X (%) 按下式计算：

$$X = \frac{G \times 100}{G_1 \times (100 - W)} \times 100$$

式中：G——灰渣重量，克；

G_1 ——风干试样重量，克；

W——试样水分，%。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，数字修约至小数点后第二位。两次测定值间容许误差按表2规定。

表1

灰 分 含 量 %	风干试样取用量, 克
高于2	2~3
0.5~2	5
0.20~0.50	10
0.12~0.20	20
0.08~0.12	30
0.04~0.08	40
低于0.04	50

表2

灰 渣 重 量 毫克	两个平行试样灰渣重量的 最大容许误差 毫克
50~100	4
20~50	2
5~20	1
低于5	0.5

注：灰分含量低于0.50%者，最好使用铂坩埚进行测定。

化学纸浆乙醚抽出物的测定法

(GB 743-65)

本测定方法是用乙醚抽提化学纸浆，然后将抽出液蒸发烘干，称量不易挥发的残渣。

1. 取样及处理

按 GB 740-65 “化学纸浆平均试样的采取方法”进行。

2. 仪器

(1) 索氏抽提器：底瓶容量 150 毫升，虹吸管顶部以下容量约 80 毫升。

(2) 具有温度调节器的水浴。

(3) 烘箱。

3. 试剂

乙醚：化学纯。

4. 试验步骤和结果计算

精确称取 5 克（称准至 0.0001 克）试样（同时另称取试样测定水分，烘干温度为 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ ），用预先用乙醚抽提过的滤纸包好（不可包得太紧，但亦应防止过松，以免漏

出)。置入索氏抽提器中，加入乙醚至超过其溢流水平。装上冷凝器，并将仪器放在水浴上，加热保持底瓶中乙醚剧烈沸腾（应注意温度不能过高，防止溶剂溢出）。抽提液每小时约循环不少于6次，如此抽提6小时。抽提完毕后，提起冷凝器，并用洁净的夹子小心地从抽提器中取出包有试样的纸包。然后将冷凝器重新和抽提器连接，回收一部分溶剂，直至底瓶中仅剩有少量乙醚为止。

取下底瓶，将其内容物移入已烘干至恒重的扁形称量瓶中，然后将称量瓶置于水浴上，仔细加热以蒸去多余的溶剂。最后擦净称量瓶外部，置入烘箱中，于100~105°C烘干至恒重。

乙醚抽出物含量X(%)按下式计算：

$$X = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100$$

式中：G——扁形称量瓶重量，克；

G₁——扁形称量瓶和已恒重的残余物重量，克；

G₂——风干试样重量，克；

W——试样水分含量，%。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，数字修约至小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.05%。

注：抽提完毕，如发现抽出物中有滤纸毛或其他固形物，则应用滤纸将抽出液滤入称量瓶中。再用少量乙醚分次漂洗底瓶及滤纸。

化学纸浆甲种纤维素的测定法

(GB 744-65)

本测定方法是先用17.5%氢氧化钠溶液处理化学纸浆，再用9.5%氢氧化钠溶液洗涤，最后用水洗涤并烘干后，测定未溶解的残渣重量。

1. 取样及处理

按 GB 740—65 “化学纸浆平均试样的采取方法”进行。

2. 仪器

- (1) 有温度调节器的恒温水浴。
- (2) 真空泵。
- (3) 吸滤瓶：容量1000毫升。
- (4) 1G1或1G2玻璃滤器。
- (5) 烧杯：容量100毫升或150毫升。
- (6) 玻璃棒：一端压扁，直径1.5厘米。
- (7) 锥形瓶：容量250毫升，有磨口玻璃塞。
- (8) 比重计。

3. 试剂及溶液

- (1) 17.5±0.15%氢氧化钠溶液。

- (2) 9.5% 氢氧化钠溶液(在20°C时,比重为1.103)。
- (3) 72±0.3% 硫酸溶液。
- (4) 10% 氯化钡溶液。
- (5) 盐酸: 比重1.19, 化学纯。
- (6) 2 N 乙酸溶液。

4. 试验步骤和结果计算

精确称取 2 克(称准至 0.0001 克)试样于 100~150 毫升干的烧杯中(同时另称取试样测定水分),加入 30 毫升 17.5% 氢氧化钠溶液浸渍试样。碱液按下列程序加入,先加入约 15 毫升,用平头玻璃棒小心搅拌 2~3 分钟,使成均匀的糊状物。然后将剩下的一部分碱液加入,同时均匀而仔细地搅拌 1 分钟,并应避免剧烈的搅拌。然后将烧杯用表玻璃覆盖,置入 20±0.5°C 的恒温水浴中进行丝光化作用,45 分钟后(包括碱液浸渍的时间)加入 30 毫升 20±0.5°C 的蒸馏水于烧杯中,小心搅拌 1~2 分钟。然后将烧杯内的浆料移入已恒重的 1G1 玻璃滤器中,使其均匀铺于滤器中,再用真空泵缓缓吸滤。

为了避免浆料损失,应重复过滤 2~3 次,直至纤维完全被捕集为止。然后在微弱的真空吸滤下,用 25 毫升 20±0.5°C 的 9.5% 氢氧化钠溶液洗涤 3 次(每次用 25 毫升)。每次洗涤,在前一次洗液将滤尽时,即加入新的洗液,洗涤时间应为 2~3 分钟。当全部洗液滤尽后,再用 400 毫升 18~20°C 的蒸馏水分次洗涤,在不使用真空吸滤的情况下,加入 18~20°C 的 2N 乙酸溶液于滤器中,至甲种纤维素全被浸没,浸泡 5 分钟,再用吸滤法滤去乙酸溶液,继续用水洗涤

至洗液不呈碱性反应为止。洗涤完毕，继续吸干水分，直至用玻璃棒紧压，而滤器下端仍无水滴为止。

取出滤器，用蒸馏水漂洗滤器外部，移入烘箱中，于 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重。滤器增加的重量，即为甲种纤维素的重量。

如为漂白木浆，即可根据所得甲种纤维素重量，计算浆中甲种纤维素百分含量。

如为漂白草浆，则须将已恒重的盛有甲种纤维素的玻璃滤器置入一较大瓷坩埚中，一并移入高温炉中，徐徐升温至 $500\sim 550^{\circ}\text{C}$ 并继续保持此温度灼烧，直至残渣全部灰化并达恒重为止。

如为未漂木浆或未漂草浆，则需从已恒重的块状甲种纤维素中精确称出 1 克（称准至 0.0001 克），放在洁净光滑的白纸上，用小刀将其刮散，仔细移入 250 毫升具有磨口玻璃塞的锥形瓶中，按 GB 747-65 “未漂化学纸浆木素的测定法” 测定甲种纤维素中木素含量。

漂白木浆甲种纤维素含量 X_1 (%) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100$$

式中：G——烘干后玻璃滤器重量，克；

G_1 ——盛有烘干甲种纤维素的玻璃滤器重量，克；

G_2 ——风干试样重量，克；

W——试样水分，%。

漂白草浆甲种纤维素含量 X_2 (%) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100 - \frac{(G_3 - G_4) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100$$

式中： G_8 ——灼烧后玻璃滤器连同灰分重量，克；

G_4 ——灼烧后玻璃滤器重量，克；

G ， G_1 ， G_2 ， W 与漂白木浆相同。

未漂木浆或未漂草浆甲种纤维素含量 X_3 (%) 按下式计算：

$$X_3 = \frac{\left\{ (G_1 - G) - \frac{(G_1 - G) \cdot (G_8 - G_7)}{G_8} \right\} \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100$$

式中： G_8 ——绝干的含木素的甲种纤维素重量，克；

G_6 ——盛有木素的玻璃滤器重量，克；

G_7 ——玻璃滤器重量，克；

G ， G_1 ， G_2 ， W 与漂白木浆相同。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，数字修约至小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过 0.4%。

化学纸浆多戊醣的测定法

(GB 745-65)

本测定方法是使化学纸浆与12%盐酸溶液共同加热，以便其中多戊醣转化为糠醛，并用容量法测定蒸馏出来的糠醛。

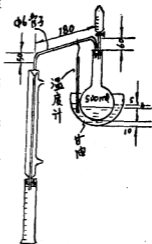
1. 取样及处理

按 GB 740-65 “化学纸浆平均试样的采取方法” 进行。

2. 仪器

(1) 糠醛蒸馏装置 (如图)，其组成如下：

- 圆底烧瓶：容量 500 毫升。
- 滴液漏斗：具有 30 毫升间隔刻度，容量 150 毫升。
- 直形或球形冷凝器。
- 量筒：容量 500 毫升。



1——温度计；2——甘油。

- (2) 油浴锅。
- (3) 水银温度计：250°C。
- (4) 容量瓶：容量 500 毫升。
- (5) 锥形瓶：容量 500 毫升，具有磨口玻璃塞。
- (6) 移液管：容量 100 毫升及 25 毫升。
- (7) 滴定管：容量 50 毫升。

3. 试剂及溶液

- (1) 12% 盐酸溶液。（20°C 时，比重 1.057）。
- (2) 溴化钠-溴酸钠混合液。
- (3) 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液。
- (4) 10% 碘化钾溶液。
- (5) 乙酸苯胺溶液。
- (6) 1 N 氢氧化钠溶液。
- (7) 淀粉溶液 0.5%。
- (8) 0.1% 酚酞指示剂。
- (9) 氯化钠：化学纯。

4. 试验步骤和结果计算

(1) 二溴化法

精确称取一定量（多戊糖含量高于 10% 的化学纸浆，称取 0.5 克，低于 10% 者，称取 1 克）试样（称准至 0.0001 克）于洁净平滑的纸上（同时另称取试样测定水分），再将其移入 500 毫升圆底烧瓶中。加入 10 克氯化钠、100 毫升 12% 盐酸溶液。将烧瓶置入预先加热至 170°C 的油浴中，并注意勿使触及油浴底部，装上冷凝器及滴液漏斗，漏斗中盛有一定量

的12%盐酸溶液。此时烧瓶内容物即行沸腾。调节油浴下万能电炉温度，使蒸馏速度为每10分钟馏出30毫升馏出液。此后每当已馏出30毫升馏出液，即从滴液漏斗中加入30毫升12%盐酸溶液于烧瓶中。至总共蒸馏出300毫升馏出液后，用乙酸苯胺溶液检验糠醛是否蒸馏完全。为此用一试管从冷凝器的下端集取1毫升馏出液，加入1~2滴酚酞指示剂。滴入1N氢氧化钠溶液中和至恰现微红色，然后加入1毫升新配制的乙酸苯胺溶液。放置1分钟后，如现红色，则证实糠醛尚未蒸馏完毕，仍须继续蒸馏，如不现红色，则表示蒸馏完毕。

糠醛蒸馏完毕后，将馏出液移入500毫升容量瓶中，瓶口应塞紧，用少量12%盐酸漂洗量筒两次。将全部洗液倾入容量瓶中，然后加入12%盐酸至其刻度。

用移液管自容量瓶中吸取200毫升馏出液，置于1000毫升带有磨口玻璃塞的锥形瓶中，加入250克用蒸馏水制成的碎冰，当锥形瓶中溶液温度降至0°C时，用移液管准确加入25毫升溴化钠-溴酸钠溶液，迅速塞紧瓶塞，放置暗处恰为5分钟，此时溶液温度应仍保持在0°C。

等达到规定时间后，加10毫升10%碘化钾溶液于锥形瓶中，塞紧瓶塞，摇匀，放置5分钟，用0.1N硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘。在快达到终点前，加入2~3毫升0.5%淀粉溶液，继续滴定，至蓝色恰行退去。

另吸取200毫升12%盐酸按同样手续进行空白试验。

糠醛含量 X_1 (%)按下式计算：

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.048 \times N \times 500 \times 100}{200G \times (100 - W)} \times 100$$

多戊醛含量 X_2 (%) 按下式计算:

$$X_2 = 1.38 X_1$$

式中: 0.048——与 1 毫升 1N 硫代硫酸钠相当的糠醛量;

V_1 ——空白试验时耗用硫代硫酸钠的体积, 毫升;

V_2 ——滴定试样时耗用硫代硫酸钠的体积, 毫升;

G——风干试样重量, 克;

W——试样水分, %;

N——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度;

1.38——糠醛换算为多戊醛的理论换算因数。

(2) 四溴化法

蒸馏及配制试样溶液的手续与二溴化法完全相同。

用移液管自容量瓶中吸取 200 毫升馏出液, 置于 500 毫升带有磨口玻璃塞的锥形瓶中, 加入 25 毫升溴化钠—溴酸钠溶液。迅速塞紧瓶塞, 在黑暗处静置 1 小时 (此时室温应为 $20 \sim 25^\circ\text{C}$, 否则应将锥形瓶置入恒温水浴中, 保持温度在所规定的范围内)。

等到达规定时间后, 加 10 毫升 10% 碘化钾溶液于锥形瓶中, 塞紧瓶塞, 摇匀, 放在黑暗处静置 5 分钟。然后用 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘, 在快达到终点时, 加入 2~3 毫升 0.5% 淀粉溶液, 继续滴定, 至蓝色恰行退灭。

另吸取 200 毫升 12% 盐酸, 按同样手续进行空白试验。

糠醛含量 X_3 (%) 按下式计算:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.024 \times N \times 500 \times 100}{200G \times (100 - W)} \times 100$$

多戊糖含量 X_4 (%) 按下式计算:

$$X_4 = 1.38 \times X_3$$

式中: V_1 ——空白试验耗用硫代硫酸钠的体积, 毫升;

V_2 ——测定试样时耗用硫代硫酸钠的体积, 毫升;

G ——风干试样重量, 克;

W ——试样水分, %;

0.024——与 1 毫升 1 N 硫代硫酸钠相当的糠醛量;

N ——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度。

两种方法均应同时进行两次测定, 取其算术平均值作为测定结果, 数字修约至小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过 0.4%。

注: 二溴化法与四溴化法准确度相等, 四溴化法一定要控制温度不得低于 20℃, 亦不得高于 25℃。温度低会造成结果偏低, 反之则会偏高。二溴化法系在 0℃ 时进行溴化, 无此问题, 但因其需用冰, 不具有电气冰箱者, 即感不便, 因此将两个方法并列, 以供选择。

漂白化学纸浆木素的测定法

(GB 746-65)

本测定方法是经硫酸水解的化学纸浆定量地测定其木素(残余物)含量。

1. 取样及处理

按 GB 740—65 “化学纸浆平均试样的采取方法”进行。

2. 仪器

- (1) 有温度调节器的恒温水浴。
- (2) 烧杯；容量500毫升。
- (3) 索氏抽提器。
- (4) 1 G 4 玻璃滤器。
- (5) 吸滤瓶；容量500毫升。

3. 试剂及溶液

- (1) 苯-醇混合液。2:1
- (2) 86±0.3% 硫酸溶液。
- (3) 10% 氯化钡溶液。

4. 试验步骤和结果计算

精确称取1克(称准至0.0001克)试样,用定性滤纸包

好，并用线扎住，放入索氏抽提器中（同时另称取试样测定水分），加入苯-醇混合液，置于水浴中抽提 6 小时。控制抽提循环次数约为每小时 4 次。将试样取出风干，解开滤纸包，用洁净的毛笔仔细将其刷入 500 毫升干燥的烧杯中。加入 10 毫升沸腾的蒸馏水予以润湿。10 分钟后将烧杯连同内容物移入冷水浴中，在搅拌的情况下加入 25 毫升 86% 硫酸，保持水浴温度为 18~20°C，如此 4 小时，并应注意经常加以搅拌。

溶解完毕后，在搅拌的情况下，加入 250 毫升蒸馏水。然后将烧杯连同内容物移置电热板上，加热至沸后，再继续煮沸 5 分钟，最后将烧杯移置沸水浴上静置一小时，然后再将烧杯浸入冷水浴中 15 分钟。用预先烘干并恒重的 1 G 4 玻璃滤器进行真空吸滤，再用热蒸馏水洗涤，至洗液用 10% 氯化钡溶液试之不出现混浊为止。

吸干滤液，取出滤器，用蒸馏水将滤器外部吹洗洁净，移入烘箱中，于 105 ± 3 °C 烘干至恒重，所增之重量即为木素重量。

如为草浆，则尚须测定木素中所含之灰分。为此可将烘干至恒重后带有残渣的玻璃滤器置入一较大瓷坩埚中，一并移入高温炉中，徐徐升温至 500~550 °C，保持此温度灼烧至残渣全部灰化并达恒重为止。

木浆木素含量 X_1 (%) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100$$

式中：G——已恒重的玻璃滤器的重量，克；

G_1 ——已恒重的玻璃滤器和残渣的重量，克；

G_2 ——风干试样重量，克；

W ——试样水分，%。

草浆木素含量 X_2 (%)按下式计算：

$$X_2 = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100 - \frac{(G_3 - G_4) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100$$

式中： G_3 ——灼烧后玻璃滤器和灰分的重量，克；

G_4 ——灼烧后玻璃滤器的重量，克；

G, G_1, G_2, W 与木浆相同。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，数字修约至小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.2%。

注：加入86%硫酸溶液时，必须用玻璃棒将纤维移至杯壁上，以免化学纸浆被烧焦。在冷却的情况下，将硫酸慢慢地加入，并应不断搅拌。

未漂化学纸浆木素的测定法

(GB 747-65)

本测定方法是经盐酸和硫酸水解的化学纸浆，定量地测定其木素（残余物）量。

1. 取样及处理

按 GB 740—65 “化学纸浆平均试样的采取方法”进行。

2. 仪器

- (1) 有温度调节器的恒温水浴。
- (2) 锥形瓶：容量250毫升，具有磨口玻璃塞。
- (3) 锥形瓶：容量500毫升。
- (4) 索氏抽提器。
- (5) 吸滤瓶：容量500毫升。
- (6) 1 G 4 玻璃滤器。

3. 试剂及溶液

- (1) 苯-醇混合液：2:1
- (2) 盐酸：化学纯，比重1.19。
- (3) 72.5 0.1% 硫酸溶液。
- (4) 10% 氯化钡溶液。

4. 试验步骤和结果计算

精确称取1克(称准至0.0001克)试样,用定性滤纸包好,并用线扎住,放入索氏抽提器中(同时另称取试样测定水分),加入苯-醇混合液,置于水浴上抽提6小时。控制抽提循环次数约为每小时4次。将试样取出风干,解开滤纸包,用洁净的毛笔仔细将其刷入250毫升具有磨口玻璃塞的锥形瓶中,加入10毫升比重为1.19的盐酸,摇荡锥形瓶,并以手轻轻拍击瓶底,以便化学纸浆能全部为酸所浸透。然后将其置入 $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,保持此温度30分钟。在保温过程中,每隔5~6分钟将瓶取出摇荡1分钟。最后从恒温水浴中取出锥形瓶,冷至室温后加入90毫升72%硫酸,加酸时应分次缓缓加入,随加随摇荡,以防氯化氢气体大量涌出。同时利用它洗下粘附在瓶壁上的化学纸浆纤维。移入 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒温水浴中保温1.5小时,在保温过程中,每隔10~15分钟将瓶内的内容物摇荡一次。

然后,将瓶内的内容物倾入另一500毫升锥形瓶中,同时量取150毫升蒸馏水分次漂洗原锥形瓶,所有洗液皆倾入锥形瓶中,盖以表玻璃,放在电热板上加热。调节温度,使瓶内的内容物能在12~15分钟达到沸点,再继续煮沸1.5~2分钟。静置,冷却,使残渣沉积于瓶底。然后将上面澄清液滤经业已恒重的1G4玻璃滤器。开始过滤时不必吸滤,稍等片刻后,再开动真空泵,最后将瓶内所有残渣皆移入滤器中,并以热水漂洗锥形瓶及滤器,直至洗液不含硫酸根离子为止(以氯化钡溶液检视之)。吸干滤液,取出滤器,并用蒸馏水洗净滤器外部。移入烘箱,于 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 烘干4小

时后进行第一次称重。再移入烘箱，继续烘干至恒重为止。

如为草浆，则须将已恒重的盛有残渣的玻璃滤器置入一较大的瓷坩埚中，一并移入高温炉中，徐徐升温至500~550°C，并继续保持此温度灼烧，直至残渣全部灰化并达恒重为止。

木浆木素含量 X_1 (%)按下式计算：

$$X_1 = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100$$

式中：G——烘干后玻璃滤器的重量，克；

G_1 ——烘干后玻璃滤器和残渣的重量，克；

G_2 ——风干试样的重量，克；

W——试样水分，%。

草浆木素含量 X_2 (%)按下式计算：

$$X_2 = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100 - \frac{(G_3 - G_4) \times 100}{G_2 \times (100 - W)} \times 100$$

式中： G_3 ——灼烧后玻璃滤器和灰分的重量，克；

G_4 ——灼烧后玻璃滤器的重量，克；

G, G_1 , G_2 , W与木浆相同。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，数字修约至小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.2%。

注：加水稀释并置于电热板上加热时，应控制温度使溶液能在12~15分钟内煮沸。

纸浆、纸与纸板灰分中含铁量的测定

国家标准（草案）

测定方法是將试样灼烧成灰，用盐酸溶出其中所含之铁，加入盐酸羟胺还原铁为二价铁，使与邻菲罗林试剂发生显色反应，用比色法测定之。

1. 应用仪器及器皿

- (1) 磁坩埚。
- (2) 高温炉。
- (3) 电水浴。
- (4) 容量50毫升量瓶。
- (5) 光电比色计或分光光度计。
- (6) 绿色滤光片。

2. 应用的试剂及溶液

- (1) 盐酸溶液(1:1)。
- (2) 2%盐酸羟胺溶液。
- (3) 1%邻菲罗林盐酸溶液。
- (4) 4M 醋酸钠溶液。
- (5) 标准铁溶液，每毫升含0.01毫克铁。

3. 取样及处理

浆样，按照GB740—65进行。纸及纸板，将其剪成尺寸约为 5×5 毫米的小块，贮于洁净干燥的玻璃瓶中，用塞子塞紧。放置隔夜，使试样的水份达到平衡，供分析之用。

4. 测定方法和计算

标准曲线的绘制——取容量50毫升量瓶8个，依次由滴定管分别加入0.00, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 9.00, 11.00, 13.00毫升铁标准溶液（1毫升含有0.01毫克铁）。分别于每瓶中加入1毫升盐酸羟胺溶液和1毫升邻菲罗林盐酸溶液。然后用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，倾出一定量溶液于比色槽中，借助于光电比色计，在波长为510毫微米或用绿色滤光片分别测定其光密度，然后以铁含量（单位毫克）为横座标，光密度为纵座标绘制成标准曲线。

试样分析——精确称取一定量的风干试样（含铁量在0.01~0.12毫克）于磁坩锅中，先在电炉或煤气灯上仔细燃烧使其碳化，再移入高温炉中，在 $575 \pm 25^\circ\text{C}$ 的温度下灼烧成灰（同时另称取试样测定水份）。冷后，加入5毫升盐酸溶液（1:1），于沸水浴上蒸干。再加入5毫升盐酸溶液（1:1），于沸水浴上蒸干。再加入5毫升盐酸溶液（1:1）再蒸发至干。然后用2.5毫升盐酸液溶（1:1）处理残渣，并在水浴上加热5分钟。再加入约2.5毫升蒸馏水，搅和并加热。将清液移入容量50毫升量瓶中。坩锅中剩余的不溶残渣可再加入2.5毫升盐酸溶液，重复加热处理一次，并将其移入同一量瓶中。最后用少量蒸馏水漂洗坩锅，洗液亦倾入量

瓶中。随后依次加入 1 毫升盐酸羟胺溶液，1 毫升邻菲罗林溶液。再加入 15 毫升醋酸钠溶液，使溶液 pH 值约为 3~6 最后用蒸馏水稀释至其刻度，摇匀。如溶液现混浊，则用洁净干燥的玻璃滤器将配好的比色液过滤，取出一部分滤液进行比色，其手续与绘制标准曲线时完全相同。根据标准曲线求得相当的铁含量。

铁含量按下式计算，以毫克/公斤表示之：

$$\text{铁含量 (毫克/公斤)} = \frac{R \times 1000}{G(100 - W)} \times 100$$

式中：R——由标准曲线求得的相当的铁含量 (mg)；

G——风干样品重 (g)；

W——试样水份%。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。两次测定计算值间误差不应超过 5 毫克/公斤。

纸浆、纸与纸板灰份中含铜量的测定

国家标准 (草案)

测定方法是将试样灼烧成灰，用盐酸溶出其中所含之铜，然后用二乙基二硫氨基甲酸纳四氯化碳液抽出其中铜，进行比色测定。

1. 应用仪器及器皿

- (1) 磁坩埚；
- (2) 高温炉；
- (3) 容量 250 毫升分液漏斗；
- (4) 光电比色计或分光光度计；
- (5) 蓝色滤光片。

2. 应用试剂及溶液

- (1) 盐酸溶液 (1:1)；
- (2) 5% 乙二胺四乙酸二钠溶液。
- (3) 0.1% 二乙基二硫氨基甲酸纳溶液。
- (4) 标准铜溶液 1 毫升此溶液含有 0.01 毫克铜。
- (5) 化学纯氢氧化铵比重 0.91。
- (6) 化学纯四氯化碳。
- (7) 0.05% 酚酞溶液。

3. 取样及处理

浆样，按照GB740—65进行，纸及纸板，将其剪成尺寸约为 5×5 毫米的小块，贮于洁净干燥的玻璃瓶中，用塞子塞紧。放置隔夜，使试样的水份达到平衡，供分析之用。

4. 测定方法和计算

标准曲线的绘制——取容量250毫升分液漏斗6个，依次由滴定管中分别加入0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00毫升铜标准溶液（1毫升含有0.01毫克铜）。分别于每一漏斗中加入20毫升盐酸溶液（1:1），10毫升5%乙二胺四乙酸二钠溶液及5滴酚酞指示剂液。依次滴加氢氧化铵液于每一漏斗至溶液现浅红色。冷至室温。再各加入5毫升二乙基二硫氨基甲酸钠液及20.0毫升（用吸移管准确量取）四氯化碳。剧烈摇荡分液漏斗3分钟。静置以便分层。通过洁净干燥的滤器迅速滤出一定量四氯化碳层于比色槽中，立即借助于光电比色计，在波长为440毫微米或用蓝色滤光片分别测定其光密度。然后以铜含量（单位毫克）为横座标，光密度为纵座标，绘制成标准曲线。

试样分析——精确称取一定量风干试样（含铜量0.01—0.10毫克）于磁坩锅中，（同时另称取试样测定水份），先在电炉或煤气灯上仔细燃烧使其碳化，再移入高温炉中，在 $575 \pm 25^\circ\text{C}$ 的温度下灼烧成灰。冷后，加入5毫升盐酸溶液（1:1），于沸水浴上蒸干。再加入5毫升盐酸溶液（1:1），再蒸发至干，然后用5毫升盐酸溶液（1:1）处理残渣，并在水浴上加热5分钟，将清液移入分液漏斗中。坩锅中剩余的

不溶残渣可再加入 5 毫升盐酸溶液，重复加热处理一次，亦将其移入分液漏斗中。用少量水漂洗坩埚，洗液亦倾入分液漏斗中。随后加入 10 毫升乙二胺四乙酸二钠溶液及 5 滴酚酞指示剂液，用氢氧化铵中和至现浅红色。冷至室温加入 5 毫升二乙基二硫氨基甲酸钠溶液及 20.0 毫升（用吸移管准确量取）四氯化碳，剧烈摇荡分液漏斗 3 分钟。静置以便分层。通过洁净干燥的滤器迅速滤出一定量四氯化碳层于比色槽中，立即利用光电比色计进行比色，其手续与绘制标准曲线时完全相同。根据标准曲线求得相当的铜含量。

$$\text{铜含量(毫克/公斤)} = \frac{R \times 1000}{G(100 - W)} \times 100$$

式中：R——由标准曲线求得的相当铜含量，(mg)；

G——风干试样重 (g)；

W——试样水份，%。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。两次测定计算值间误差不应超过 5 毫克/公斤。

纸浆、纸与纸板水 抽出物酸度及碱度的测定

国家标准（草案）

测定纸浆与纸的酸度或碱度应以测定其水抽出液的 pH 值表示之，但在不具有 pH 计的部门，亦可用酸碱滴定法测定之。

一、pH 值测定方法

1. 应用的仪器及器皿

- (1) pH 计；
- (2) 容量 200~250 毫升锥形瓶。

2. 取样及处理

浆样按照 GB740—65 进行。纸及纸板将其剪成尺寸约为 5×5 毫米的小块，贮于有塞的玻璃瓶中，用塞子塞紧，放置隔夜，使试样的水份达到平衡，供分析之用。

3. 测定方法

精确称取 5 克风干试样（称准至 0.01 克）于 500 毫升锥形瓶中，注入 250 毫升 pH 为 6.6~7.0 之新煮沸的蒸馏水，如试样不易湿润，可先加入 20 毫升水，用扁平头玻璃棒揉压至

全部湿润后，再加其余的水。

用包有铝箔的橡皮塞将锥形瓶塞紧，橡皮塞中插入一长约60~70厘米玻璃管作为空气冷凝器。将锥形瓶置入沸水浴中，保持瓶内容物温度为95~100°C，加热1小时，不时摇荡锥形瓶。

1小时后，迅速冷却水抽出液，不需过滤，即利用具有玻璃电极的pH计进行pH值测定同时进行二分平行测定，取其算术平均值为结果，计算至小数点后一位为止。两次测定结果的误差，pH值不应超过0.2。

(注)(1)测定应在没有酸气和氨气的室内进行。

(2)所用玻璃仪器应为中性者。

(3)蒸馏水经沸腾冷却后pH值为6.6~7.0始可用于抽提。

二、滴 定 法

1. 应用的仪器及器皿

- (1)水浴；
- (2)容量500毫升锥形瓶；
- (3)布氏多孔漏斗。

2. 应用的试剂及溶液

- (1)0.01N NaOH标准溶液；
- (2)0.01N H₂SO₄标准溶液；
- (3)0.04%酚红指示剂。

3. 取样及处理

浆样按照GB740—65进行。纸及纸板将其剪成尺寸约为5×5毫米的小块，贮于有塞的玻璃瓶中，用塞子塞紧，放置隔夜，使试样的水份达到平衡，供分析之用。

4. 测定方法和计算

称取5克风干试样，于500毫升锥形瓶中（同时另称取试样测定水分），加入250毫升新煮沸的蒸馏水，按pH值测定法同样手续抽提1小时。

抽提完毕后，迅速以布氏多孔漏斗进行过滤，滤液收集于一干燥洁净的锥形瓶中，迅速冷却，吸取100毫升滤液于250毫升锥形瓶中，加酚红指示剂4~5滴，如显红色则以0.01N H₂SO₄滴定至溶液呈黄色。如加入指示剂后显黄色，则以0.01N NaOH滴定至溶液恰呈红色并以同样手续进行空白试验。

如水抽出物呈酸性反应，则测得的酸度以含硫酸百分数表示之，反之，如呈碱性反应，则测得的碱度以氢氧化钠百分数表示之。其计算式如下：

$$\text{酸度}\% (\text{以 H}_2\text{SO}_4 \text{计}) = \frac{(T_1 - t)N_1 \times 0.049 \times 250 \times 100}{G(100 - W)}$$

$$\text{碱度}\% (\text{以 NaOH 计}) = \frac{(T_2 N_2 + t N_1) 0.04 \times 250 \times 100}{G(100 - W)}$$

式中：T₁——滴定耗用0.01N NaOH 体积，(ml)；

T₂——滴定耗用0.01N H₂SO₄ 体积，(ml)；

- t——空白试验时耗用0.01N NaOH体积(ml)；
N₁——NaOH溶液当量浓度；
N₂——H₂SO₄溶液当量浓度；
G——风干试样重，g；
W——试样水份，%。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.01。

纸浆、纸及纸板水溶性氯化物的测定

国家标准（草案）

测定方法系基于在含有氯离子的溶液中，滴入易离介的硝酸汞标准溶液，此时汞离子立即与氯离子作用而生成在溶液中微离介的二氯化汞。在滴定液中加入过量乙醇以降低其离介度，当溶液中氯离子全部变成氯化汞后，微过量的汞离子立即与加入溶液中的二苯偶氮碳酰肼指示剂作用，形成紫色的汞化物。

1. 应用的仪器及器皿

- (1) 水浴。
- (2) 容量 500 毫升锥形瓶。
- (3) 布氏多孔漏斗。
- (4) 5 毫升微量滴定管。

2. 应用的试剂及溶液

- (1) 0.01N 硝酸汞标准溶液。
- (2) 1% 二苯基偶氮碳酰肼指示液
- (3) 1N HNO_3 溶液。
- (4) 95% 乙醇。

3. 取样及处理

浆样按照GB740—65进行。纸及纸板则将其剪成尺寸约为5×5毫米的小块，贮于有塞的玻璃瓶中，俟水份平衡后，用作分析试样。

4. 测定方法和计算

称取风干试样10克（称准至0.01克同时另称取试样测定水分）移入容量500毫升锥形瓶中，加入刚煮沸的蒸馏水300毫升。用包铝箔的橡皮塞将瓶塞紧，在橡皮塞中插入一根长600~700毫米的玻璃管作为空气冷凝管用。将锥形瓶置入已沸腾的水浴中，煮沸1小时并不时摇荡之。在到达规定时间后，立即将锥形瓶自水浴中取出，冷却，然后用已经蒸馏水洗涤多次并烘干的滤纸，将滤液滤入一洁净干燥的锥形瓶中，弃去最初滤出的少量滤液。

用吸移管吸取100毫升滤液于容量250毫升锥形瓶中置电板上蒸浓至约10毫升，冷却，加入20毫升化学纯乙醇（95%），3滴1N硝酸及10滴1%二苯基偶氮酰肼指示剂，用0.01N硝酸汞标准液滴定至溶液恰现紫色。以同样手续进行空白试验。

氯化物含量，按下式计算，以毫克/公斤表示之。

$$\text{氯 (毫克/公斤)} = \frac{(A - B)N \times 35.46 \times 3 \times 1000}{G(100 - W)} \times 100$$

式中：A——滴定时所耗用的硝酸汞标准溶液量(ml)；

N——硝酸汞标准液的当量浓度；

B——滴定空白时所耗用的硝酸汞标准溶液量
毫升；

G——风干试样重（克）；

W——试样水分（%）。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。两次测定计算值间误差不应超过 5 毫克/公斤。

纸浆、纸及纸板水溶性硫酸根的测定

国家标准（草案）

测定方法基于用过氧化氢在碱性介体中将抽出液脱色，然后在一定条件下加入氯化钡，使其中含有的硫酸盐沉淀为均匀的硫酸钡细粒，再加上淀粉溶液作为保护胶，以防止浮悬质点迅速沉降，最后将此混浊液于光电比色计中进行比浊。

1. 应用的仪器及器皿

- (1) 光电比色计或分光光度计；
- (2) 紫、蓝、双层滤光片；
- (3) 水浴；
- (4) 容量50毫升量瓶。

2. 应用的试剂及溶液

- (1) 硫酸钠标准溶液，1毫升=0.3毫克 SO_4^{2-} 。
- (2) 24%氯化钠——盐酸溶液。
- (3) 氯化钡晶体。（取20—40筛目者备用）
- (4) 15%过氧化氢溶液。
- (5) 0.5N 氢氧化钠溶液。
- (6) 0.25%淀粉溶液（使用时配制）。
- (7) HCl(1:1) 溶液。

3. 取样及处理

浆样按照GB740—65进行。纸及纸板则将其剪成尺寸约为5×5毫米的小块，贮于有塞的玻璃瓶中，俟水份平衡后，用作分析试样。

4. 测定方法和计算

标准曲线的绘制——取容量50毫升量瓶10个由滴定管分别依次准确注入1.00, 1.80, 2.50, 3.50, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00, 8.00毫升标准硫酸钠溶液,各加入1毫升0.5N NaOH溶液及20滴15% H₂O₂溶液,摇匀,放置5分钟,然后依次各加入2滴HCl(1:1),4毫升NaCl—HCl溶液,5毫升新配制的0.25%淀粉溶液,各加水稀释至其刻度,摇匀,最后依次于1分钟内作5次将0.1克BaCl₂晶体加入,塞紧瓶塞,往复摇荡30~40次。

移出一定量混浊液于比色槽,置入光电比色计,用紫、蓝、双层滤光片测定其光密度,每份样品全部比浊时间应控制在8~10分钟完成,加入氯化钡后,一定要精密控制从加入试剂时算起,在第5分钟读取光密度,然后以硫酸盐浓度(单位为毫克/升)为横座标,光密度为纵座标,绘制成标准曲线。

试样分析——精确称取20克试样(称准至0.01克)于容量500毫升锥形瓶中(同时另称取试样测定水分),加入200毫升蒸馏水,用包有铝箔的橡皮塞将瓶塞紧,在橡皮塞中插入一根长600~700毫米的玻璃管,作为空气冷凝管,置入已沸腾的水浴中,煮沸1小时(等水再次沸腾时开始计算时

间)，并不时摇荡之，将锥形瓶自水浴中取出，用已用热蒸馏水洗涤并烘干的紧密滤纸过滤，弃去最初滤出的少量滤液。

用吸移管吸取100毫升试样溶液于锥形瓶中，加入0.5N NaOH溶液至恰呈碱性，再加入20滴过氧化氢，摇匀，置电热板蒸浓至约为10~20毫升。再用热蒸馏水洗涤过的紧密滤纸将溶液滤入容量50毫升量瓶中，用少量蒸馏水洗涤锥形瓶及滤纸三次，所有洗涤水皆令其流入量瓶中，此时量瓶中溶液总量应约为45毫升，加入HCl(1:1)至成酸性(pH约为2左右)。再加入4毫升NaCl-HCl溶液，5毫升0.25%淀粉溶液，用蒸馏水稀释至其刻度，摇匀，称取约0.1克BaCl₂晶体于1分钟内分作5次加入，塞紧瓶塞，往复摇荡30~40次(时间与速度应与绘制标准曲线时同)。最后于光电比色计中进行比色，其手续与绘制标准曲线时完全相同。

水溶性硫酸根含量按下式计算，以毫克/公斤数表示之：

$$\text{SO}_4^{2-} \text{ 毫克/公斤} = \frac{2R \times 1000}{G(100 - W)} \times 100$$

式中：R——由标准曲线求得相当SO₄²⁻量(毫克)；

G——风干试样重(克)；

W——试样水分(%)。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。两次测定计算值间误差不应超过10毫克/公斤。

化学浆卡伯值的测定

国家标准（草案）

测定方法是在一定条件下,1克绝干浆消耗0.1N KMnO_4 溶液毫升数, 所得结果校正为相当于消耗加入的 KMnO_4 量 50%。

1. 应用的仪器和器皿

- (1) 电动搅拌器;
- (2) 容量2000毫升的烧杯;
- (3) 恒温水浴;
- (4) 秒表。

2. 应用的试剂及溶液

- (1) $0.1 \pm 0.0005\text{N}$ KMnO_4 标准溶液;
- (2) $0.2 \pm 0.0005\text{N}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液;
- (3) 1N KI 溶液;
- (4) 0.5% 淀粉溶液;
- (5) 4N H_2SO_4 溶液。

3. 取样及处理

(1) 风干浆板——取部份化学浆试样, 撕碎后, 放入盛有水的具有橡皮塞容量为1000毫升的广口瓶中, 加入数十颗

玻璃球，往复振荡使化学浆完全离散。分离出玻璃球，用手将浆拧干，分散成小块，放在干的具有磨口玻璃塞的试剂瓶中。取出一部份测定水份，余供测定卡伯值用。

(2) 湿浆——先经筛选，分离出未蒸解份及浆块，混合均匀，取出一部份拧干，分散成小块，放在干的具有磨口玻璃塞的试剂瓶中。取出一部份测定水份，余供测卡伯值用。

4. 测定方法和计算

称取消耗100毫升0.1N KMnO_4 溶液的30~70%之间的试样(称准至0.005克)放在2000毫升烧杯中，加入500毫升蒸馏水，开动电动搅拌器，离解到没有浆块和纤维束，用250毫升蒸馏水冲洗烧杯边缘，将烧杯放在 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中，以保证整个反应温度为 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ ，调节搅拌器速度不断搅拌，使产生约2.5公分深度的旋涡。吸取100毫升0.1N KMnO_4 和100毫升4N H_2SO_4 ，放入250毫升烧杯中，将混合液调节到 25°C 立即倒入反应烧杯中，同时开动秒表。用50毫升蒸馏水分次洗涤盛混合液的烧杯，洗液亦倒入反应烧杯中，作用10分钟后，反应结束，用量筒加入20毫升KI溶液，并用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定，在接近终点时，加入2~3毫升淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚好退灭。

按同样手续，进行空白试验。

卡伯值按下式计算：

$$P = \frac{(b-a)N}{0.1}$$

$$K = \frac{p \cdot f}{W}$$

- 式中：p——消耗0.1N KMnO_4 毫升数；
 b——空白试验消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 毫升数；
 a——测定样品时消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 毫升数；
 N—— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液的当量浓度；
 f——换算成消耗50% KMnO_4 的常数。根据p值查表(1)而得；
 W——绝干浆重，克；
 K——卡伯值。(Kappa)。

“f” 常数表

表 1

P	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
30	0.958	0.960	0.962	0.964	0.966	0.968	0.970	0.973	0.975	0.977
40	0.979	0.981	0.983	0.985	0.987	0.989	0.991	0.994	0.996	0.998
50	1.000	1.002	1.004	1.006	1.009	1.011	1.013	1.015	1.017	1.019
60	1.022	1.024	1.026	1.028	1.030	1.033	1.035	1.037	1.039	1.042
70	1.044									

如测定温度在20~30°C 之间卡伯值可按以下公式换算：

$$K = \frac{pf}{W} (1 + 0.013(25 - t))$$

式中：t——测定时的温度。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。卡伯值在100以下者，要求准确到小数点后第一位。卡伯值在

100以上者，仅要求准确到整数。两次测定计算值间误差不应超过1。

高锰酸钾值与卡伯值的换算 表 2

高锰酸钾值 (40毫升)	卡 伯 值	高锰酸钾值 (40毫升)	卡 伯 值
8	12.4	22	35.4
10	14.5	24	41.0
12	16.3	26	47.5
14	19.5	28	55.2
18	26.2	30	64.1
20	30.4	32	73.8
		34	85.6

上述换算因数如下式计算：

$$\log \text{Kappa 值} = 0.837 + 0.0323(\text{高锰酸钾值}(40\text{毫升}))$$

注：对于蒸解充分的化学浆，可以使用较少的量。使用 50 毫升 KMnO_4 ，50 毫升 H_2SO_4 ，400 毫升水和耗 0.1N KMnO_4 30~70% 的相应浆样，其他方面遵循标准手续。

化学浆硬度的测定

(QB 117-61)

本标准适用于用高锰酸钾值法，基白法及贝克曼价法测定化学浆硬度。前二种除适用于测定木浆蒸解度外还适用于非木材原料制成的浆，后者则仅适宜于木浆。

一、高锰酸钾值法

1克绝干浆在特定条件下所消耗的0.1N高锰酸钾溶液的毫升数，称为高锰酸钾值。

测定的方法基于使化学浆在25°C时于0.00333±0.0001N KMnO_4 和0.133±0.005N H_2SO_4 的溶液中发生氧化作用。5分钟后，加入碘化钾以中止这一反应，再用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘，由此计算被消耗的高锰酸钾溶液量。

1. 应用的仪器及器皿

- (1) 转速为每分钟500±100转的电动搅拌器。
- (2) 容量1000毫升广口瓶。
- (3) 秒表。
- (4) 恒温水浴。

2. 应用的试剂及溶液

- (1) 0.1N KMnO_4 ，标准溶液。

- (2) 4N H_2SO_4 溶液。
- (3) 10% KI 溶液。
- (4) 0.1N $Na_2S_2O_8$ 标准溶液。
- (5) 0.5% 淀粉溶液。

3. 试样处理

取一部分化学浆的平均试样，放入盛有蒸馏水的具有橡皮塞容量为1000毫升的广口瓶中。加入数十颗玻璃球，往复振荡使化学浆完全离散。分离出玻璃球，用手将浆拧干，并将其揉散，放在干的具有磨口玻璃塞的试剂瓶中，测定其水分。

4. 测定方法和计算

称取相当于1克（标准至0.005克）绝干重量已准备好的试样于容量1000或1500毫升烧杯中，并将烧杯放在搅拌器下，加入100毫升水，开动搅拌器使浆在水中搅和数分钟至能完全分散而无小块为止。

由滴定管中准确量取25毫升0.1N $KMnO_4$ 溶液于一小烧杯中，再用吸移管吸取25毫升4N H_2SO_4 溶液于另一大烧杯中，加入600毫升水并将烧杯浸入恒温水浴中，调节温度为 $25 \pm 1^\circ C$ 。

将烧杯中大部分酸液倾入盛有试样的反应杯中，保留小部分酸液备漂洗盛高锰酸钾溶液的小烧杯用。开动搅拌器，迅速加入25毫升 $KMnO_4$ 溶液，并立即开动秒表记时，随即用预先保留的少量硫酸溶液漂洗小烧杯洗液亦倾入反应杯中（反应杯中溶液总量应为750毫升）。反应进行恰好5分钟

时，立即加入 5 毫升 10% KI 溶液并停止搅拌。迅速用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定析出的碘。近终点时，加入 2~3 毫升新配制的 0.5% 淀粉溶液。继续滴定至蓝色刚好退灭。

高锰酸钾值按下式计算：

$$\text{高锰酸钾值} = \frac{V_1 - V_2}{G}$$

式中： V_1 ——原加入的 0.1N KMnO_4 溶液量，(ml)；
 V_2 ——反滴定时所耗用的 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液量，(ml)；
 G ——绝干试样重，(g)。

注：①上述方法适用于测定高锰酸钾值低于 20 的化学浆的蒸解度。如高于此数，则应加入 40 毫升 0.1N KMnO_4 溶液，40 毫升 4N H_2SO_4 溶液及 1120 毫升水。最后反应杯中溶液总量应为 1200 毫升，其余手续完全相同。

②测定时所用的高锰酸钾标准溶液浓度应恰为 0.1N 如不恰为此数，应根据实际浓度换算成相当于 25 毫升或 40 毫升 0.1N KMnO_4 溶液量再准确量取。反滴定时，所耗用的硫代硫酸钠标准溶液量，亦应将其换算成相当于 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液量。再进行试验结果的计算。

5. 基白法和贝克曼法（略）

化学浆铜价的测定

国家标准（草案）

测定方法是基于纸浆中的醛基还原弗林溶液中二价铜为一价铜，滤出氧化亚铜，加入硫酸高铁及硫酸后，则氧化亚铜转变成硫酸铜，而硫酸高铁则还原成相当量的硫酸亚铁，用过锰酸钾溶液滴定之。根据耗用的过锰酸钾量以求得铜的含量。

1. 应用的仪器及器皿

- (1) 容量150毫升烧杯；
- (2) 秒表；
- (3) 1G4 玻璃滤器。

2. 应用的试剂及溶液

- (1) 弗林溶液 I。
- (2) 弗林溶液 II。
- (3) 5% 硫酸高铁溶液。
- (4) 0.04N 过锰酸钾标准溶液。
- (5) 4N 硫酸溶液。

3. 取样及处理

按照GB740—65进行。

4. 测定方法和计算

精确称取1克(称准至0.001克)风干试样于容量150毫升烧杯中(同时另称取试样测定水份),加入20毫升蒸馏水,加热至沸。从两支滴定管中分别放出弗林溶液I及II各20毫升于两个小烧杯中,同时加热至沸后,将溶液I倾入溶液II中,再将此混合液倾入盛有试样的烧杯中,盖上表玻璃,煮沸3分钟(用秒表计时)。停止加热,立即将烧杯置入冷水浴中冷却之。利用真空泵用玻璃滤器过滤,用热水洗涤至洗液不呈碱性反应。在过滤过程中,应注意使 Cu_2O 盖有少量水,勿暴露于空气中,以防止氧化。加15毫升硫酸高铁溶液于盛有残渣的烧杯中,摇荡后再将烧杯内纤维全部移入滤器中,搅和后,缓缓吸滤。用4N硫酸溶液洗涤滤器及残渣2次(每次用30毫升),再用蒸馏水洗涤至洗液不含有铁为止(用 NH_4SCN 溶液试之)。最后用0.04N过锰酸钾标准溶液滴定至恰现微红色。

铜价按下式计算:

$$\text{铜价} = \frac{AB \times 0.06357 \times 100}{G(100 - W)} \times 100$$

式中: A……滴定时所耗用的 KMnO_4 溶液量, ml;

B…… KMnO_4 溶液的当量浓度;

0.06357……与1ml、1N KMnO_4 溶液相当的铜量, g;

G……风干试样重, g;

W……试样水份, %。

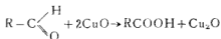
同时进行两次测定,取其算术平均值作为测定结果,要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.1。

附 录

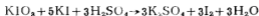
化学浆铜价快速测定法

1. 原 理

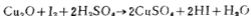
测定方法是基于纸浆中醛基还原萨氏试剂 (Somogyi Reagent) 中二价铜为一价铜, 析出一定量氧化亚铜:



加入硫酸后, 萨氏试剂中含有的碘酸钾与碘化钾即按下式析出碘:



溶液中氧化亚铜又与相当量的碘按下式反应转变为硫酸铜:



用硫代硫酸钠标准溶液滴定过剩的碘, 并用等量试剂按同样手续进行空白试验, 即可求得与氧化亚铜相当量的碘。根据耗用的碘量, 即可求得铜的含量。

2. 应用的仪器及器皿

- (1) 电热恒温水浴。
- (2) 容量250毫升具有磨口玻璃塞锥形瓶。
- (3) 容量20毫升吸移管。

3. 应用的试剂及溶液

- (1) 萨氏试剂;

- (2) 4N 硫酸溶液；
- (3) 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液；
- (4) 0.5% 淀粉指示剂液。

4. 取样及处理

按照 GB 740—65 进行。

5. 测定方法和计算

精确称取 1 克（称准至 0.001 克）风干试样于 250 毫升具有磨口玻塞的锥形瓶中（同时另称取试样测定水份），加入 50 毫升蒸馏水润湿试样，再用吸移管吸取 20 毫升萨氏试剂注入其中，摇匀后，轻轻塞上瓶塞，放在沸水浴中加热 1 小时，在加热过程中应经常摇动锥形瓶，1 小时后，将瓶取出打开瓶塞。置于流动的冷水中冷却至室温。然后加入 8 毫升 4N 硫酸溶液，塞紧瓶塞，摇匀。放置 5 分钟后，打开瓶塞，用蒸馏水吹洗之。由滴定管中滴入 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液。近终点时，加入 2~3 毫升 0.5% 淀粉溶液，继续滴定至兰色刚好退减。

在另一锥形瓶中，加入 50 毫升蒸馏水，20 毫升萨氏试剂，按照上述同样手续进行空白试验。

铜价按下式计算：

$$\text{铜价} = \frac{(A - B)N \times 0.06357 \times 100}{G(100 - W)} \times 100$$

式中：A……空白试验时耗用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 体积，ml；

B……滴定试样耗用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 体积，ml；

0.06357……与 1ml, 1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液相当的铜量，g；

N…… $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液的当量浓度；

G……风干试样重，g；

W……试样水份，%

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.1。

化学浆粘度的测定

(GB 120-61)

测定方法是基于制备1%化学浆铜氨溶液，借助于落球式粘度计测定球在溶液中落下时间。

1. 应用的仪器及器皿

- (1) 郝波 (Hopper) 落球式粘度计 (附恒温水浴)；
- (2) 容量50毫升棕色玻璃瓶；
- (3) 紫铜片 (1×1厘米)；
- (4) 秒表。

2. 应用的试剂

(1) 铜氨溶液——测定化学浆粘度时所用的铜氨溶液的组成为：

铜	1.3±0.02% (容量百分数)
氨	15±0.2% (容量百分数)
蔗糖	0.2%
氢氧化钠	0.7%

3. 测定方法和计算

试样水分的测定——精确称取1克磨碎试样，按照测定

化学纸浆水分方法测定其水分含量。

溶解试样用棕色广口瓶容积的校准——取容量50毫升洁净干燥棕色玻璃瓶，投入12片大小约为1×1厘米的洁净的紫铜片，塞紧瓶塞、称重。然后加入蒸馏水至满，再将瓶塞紧，并注意勿使瓶内存有空气泡。揩干瓶外溢出的蒸馏水，复行称重。所增之重，即为水量，即以此数表示瓶的容积。

试样粘度的测定——称取一定量（其量根据棕色瓶容积而定）磨碎试样（称准至0.001克），置入洁净干燥的内盛有12片铜片的棕色瓶中（例如试样水分含量为8%，瓶的容积为50毫升，则应称取风干试样 $0.5/0.92=0.543$ 克，才相当于0.5克绝干试样）。加入铜氨溶液至满，用橡皮塞塞紧。并注意勿使瓶内有空气泡。擦净瓶的外部，用牛皮纸包好，并用绳扎紧。置电动振荡器上摇荡或用手摇至浆全溶。如此即得1%浆的铜氨溶液。

进行粘度测定时，可将已溶解完全的溶液倾入洁净干燥的落球式粘度计测定管中至将满为度。将粘度计放正，仔细投入玻璃球（球的选择可根据粘度大小而定，可参考仪器说明书规定），加塞。此时应注意观察管内不应有气泡存在，否则应倾出溶液及球，重新进行试验。

最后将粘度计与恒温水浴连起，使测定管处在 $20 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 的水浴中5分钟。再进行粘度测定。用秒表记录球通过管之上部及下部标志的时间。落下时间以秒数表示之。

粘度按下式计算，以毫泊表示之：

$$N = 10F(S_K - S_F)K$$

式中：F……球落下的秒数；

Sk……球的比重；

S_f ……溶液比重；

K ……球的常数。

注：球的常数及比重可查阅所使用的郝波粘度计说明书。

同时进行两份平行测定，取用平均值，计算至0.01%，
平行测定间误差不应超过0.02%。

浆粕反应性能的测定

本测定方法是基于把浆粕在一个容器中用一步法配制成粘胶溶液，粘胶中纤维素含量及氢氧化钠含量恒定不变，改变二硫化碳的用量，获得能在专门的仪器中滤径 250 号镍网的粘胶溶液所需二硫化碳的最少量即表示浆粕的反应性能。

（此测定方法一般适用于人造丝浆粕）。

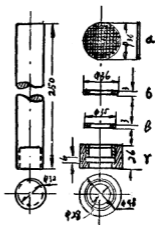
1. 仪器及试剂

测定反应性能过滤器如图振荡器，每分钟来回振荡 70 次，振幅为 5.6 厘米。

回转式搅动器，转动半径为 30 厘米，转速为 15 转/分。

24% 氢氧化钠。

二硫化碳（比重 1.26）。



反应性能测定器

a—250 号镍网

b—16 号筛网

r—顶帽

2. 取样及处理

取具有代表性浆粕试样约60克，用机械方法撕碎，亦可用人工方法进行撕碎，撕碎的浆粕需另行测定其水份。

3. 配制粘胶溶液所需化学试剂量及浆粕试样量的计算实例。

根据反应性能的指标配制下列组成的粘胶溶液：纤维素含量——溶液重量3.3%，氢氧化钠——溶液重量11%，二硫化碳——纤维素重量的110%。

称取含14.4克绝干纤维素的风干浆粕试样进行测定：

(1) 风干浆粕重量 (水份7%，绝干率93%)

$$\frac{14.4 \times 100}{93} = 15.5 \text{克}$$

(2) 应配成的粘胶溶液量

$$\frac{14.4 \times 100}{3.3} = 436.4 \text{克}$$

(3) 氢氧化钠的量

$$\frac{436 \times 11}{100} = 48 \text{克}$$

24%氢氧化钠溶液，其比重为1.263 (20°C) 此溶液含氢氧化钠303克/升，应取氢氧化钠量为

$$48 \div 0.303 = 158.4 \text{毫升}$$

或 $158.4 \times 1.263 = 200$ 克

(4) 二硫化碳量 (比重1.26)

$$\frac{14.4 \times 110}{100} = 15.84 \text{ 克}$$

$$15.84 \div 1.26 = 12.6 \text{ 毫升}$$

(5) 所需水量

$$436.4 - (200 + 15.84 + 15.5) = 203.06 \text{ 克}$$

4. 测定方法及结果计算

将称量之浆粕试样放入一具有磨口玻璃塞的 750 毫升广口瓶中，用根据计算所得的水量加水均匀地润湿，并静置 1 小时。然后根据计算依次加入氢氧化钠及二硫化碳，用瓶塞塞紧，塞子预先涂以少许凡士林。为了避免瓶中所产生的二硫化碳蒸汽压使瓶塞冲开，将瓶塞与瓶子一起系紧或用橡皮夹持器压紧。用手将瓶子剧烈振荡 5 分钟，然后装在振荡器上继续摇动 10 分钟，此时纤维素应完全分散成一根根纤维状，然后将瓶子装在回转式搅动器上，在 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 温度下继续搅动 4 小时，在此时间内就生成了粘胶。

粘胶溶液的过滤性能在过滤性能测定器中测定，这种测定器是一根一端旋有螺帽的不锈钢管，螺帽中在二钢圈与橡皮垫圈间夹持着 250 号镍钢。此测定器垂直地装在铁台架上。

在管子下方放一 250 毫升量筒，将测定器装满粘胶溶液。

在从瓶中倒出粘胶溶液时，必须除去瓶口上的凡士林薄层。借停表记录 25 毫升粘胶溶液自测定器中流出的时间：从 25 毫升至 50 毫升以及从 125 毫升至 150 毫升，测定时测定器中

粘胶溶液的液面应保持恒定（自上面不断添加粘胶溶液）。

测定结果的计算：

125毫升至150毫升流出时间与25毫升至50毫升流出时间的差数，决定粘胶溶液的过滤阻滞性。

如过滤阻滞性小于250秒，可认为该粘胶溶液是能被滤过的。

二次平行测定结果取其算术平均值。两次平行测定间的差数不应超过25秒。

注：①在特殊情况下，可以用500毫升瓶配制粘胶液，两次平行测定需制备三瓶粘胶液，测定时称取绝于紫柏试样应为9.6克，其他氢氧化钠水，二硫化碳按照上例计算加入。两次平行测定，两只瓶进行平行测定，第三只瓶的粘胶溶液用来使过滤时测定器中液面保持恒定。

②如必须较详细地研究紫柏反应性能，则可如下法进行：

如过滤阻滞性小于40秒，则可将二硫化碳用量减少10%重新作测定；

如过滤阻滞性超过250秒，则将二硫化碳用量增加10%重新进行测定。

③使用二硫化碳时需注意，它是易燃而有毒的药品，故须遵守安全操作规程。配制粘胶溶液时特别应该小心，因为装有此溶液的瓶子是处于二硫化碳的蒸汽压力之下。

（此方法系采用苏联国家标准(ГОСТ)5982—51）

纸及纸浆中未硝化残留物的测定

本测定方法是将撕散之纸或纸浆用混酸溶液经短时间硝化后不溶于丙酮之残留物。此测定方法适用于作硝化纤维素的纸及纸浆。

1. 试剂及仪器

梅兰氏混酸溶液：按重量百分率计

HNO_3	21~23%
H_2SO_4	67~71%
H_2O	8~10%

丙酮试剂。

1G2玻璃过滤器。

真空泵或流水泵。

2. 取样及处理

取具有代表性的纸或纸浆试样，用机械法或人工法进行撕碎分散。再取已分散试样约10克置于 $95 \pm 1^\circ\text{C}$ 的恒温烘箱中烘 $1\frac{1}{2}$ 时，再在干燥器中冷却，称重。称取2克试样（准确至0.0002克）各两份仍保存于干燥器中供测定用。

3. 测定方法及结果计算

称取100克混酸溶液于100毫升烧杯中，保持溶液温度 $17 \sim 19^\circ\text{C}$ ，并用平头玻璃棒在不断搅拌下加入上项供测定用的试样于其中，此2克试样应分数次加入。其搅拌速度应使

内容物温度保持在 $18\sim 20^{\circ}\text{C}$ 范围内（装入试样时间应不超过30秒）。硝化时间由试样全部加入混酸溶液中开始算起。在5分钟硝化过程中不断地搅拌。

5分钟硝化结束后，将烧杯内容物用1G2玻璃滤器进行抽吸过滤，待酸液抽完后，将硝化纤维素在滤器上进行松散，再用冷蒸馏水洗涤至洗液呈中性反应为止（以甲基橙进行检验之）。把留在瓶壁上的纤维用水洗入同一滤器中。为了将水驱净，可用平头玻棒在滤器上层进行挤压抽净。

将洗净的硝化纤维素松散开，并将其从滤器中移于250毫升锥形瓶中（勿损失纤维）注入150毫升含1%氨的丙酮溶液（即144毫升丙酮6毫升浓氨水），紧紧用橡皮塞塞好，用力摇动5分钟。在三小时以上的溶解时期内，应不时摇动内容物。并保持温度 $18\sim 20^{\circ}\text{C}$ ，使硝化纤维素继续溶解，直到得到易过滤的液体为止。溶液于过滤前静置1小时。用已恒重的1G2的玻璃滤器过滤此硝化纤维素丙酮溶液，并在真空抽吸下进行抽滤。过滤应迅速不应使胶体溶液因干燥而生成薄膜。待溶液滤完后加入20~30毫升丙酮于锥形瓶中洗涤瓶壁洗液仍注入滤器中，滤器中及锥形瓶用丙酮洗5次每次约10毫升。

洗完后，将盛残渣的滤器置于 $95\sim 98^{\circ}\text{C}$ 恒温烘箱中烘30分钟，取出置于干燥器（应新换的氯化钙）中冷却15分钟进行称量。

未硝化残留物% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

式中： G_2 ——盛有未硝化残留物之滤器重，克；

G_1 ——空滤器重量，克；

G ——试样重量，克。

进行两次平行硝化，分别测定残留物。每一个残留物测定结果单独记出，两次测定均应不超过规定指标。

注：此试验方法系采用苏联国家标准 (ГОСТ 5143—51)。

纸及纸浆在 -5°C 时不溶于 12%NaOH的残留物测定

本测定方法是在 -5°C 时用12%氢氧化钠处理纸及纸浆中纤维素以后不溶解于碱的残留物。此测定方法适用于作硝化纤维素用的纸及纸浆。

1. 试剂及仪器

12 \pm 0.1%氢氧化钠溶液

10%醋酸溶液

-10°C 的水银温度计

1G2玻璃滤器

玻璃搅拌器，转速90~120转/分

冷却设备，用结晶皿（或其他盆、皿代替）放入碎冰（雪）及食盐之混合物使其温度维持 -5° 如温度升高则可加入一份新的碎冰或食盐。

2. 取样及处理

将纸或纸浆用机械法或人工法撕散，再称取1克（准确至0.0002克）撕散之试样供测定用。另行称样测定水份。

3. 测定方法及结果计算

量取40毫升12 \pm 0.1%氢氧化钠溶液于100毫升烧杯中，

将烧杯置于冷却设备中，使溶液冷却到 -5°C 。开动搅拌器（没有搅拌器也可由人工用玻璃棒搅拌），于搅拌下仔细加入所称取的 1 克试样。溶解的时间自试样完全加入碱液中算起，溶解 45 分钟，在溶解过程中，仍须继续搅拌，温度保持 $-5^{\circ} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

45 分钟后，停下搅拌器，取出盛试样的烧杯。用已恒重的 1G2 玻璃滤器过滤，用真空泵吸滤，抽去碱液后用 20 毫升温度为 $0 \sim 5^{\circ}\text{C}$ 的 12% 氢氧化钠溶液进行洗涤，当碱液注入滤器后将残留物用玻棒进行搅拌后再抽滤。然后用 150 毫升水洗涤残留物，留在搅拌器及烧杯壁上的一同洗入滤器中。再用 40 毫升 10% 醋酸洗涤，再用水洗涤至中性（用酚酞试之），将滤器中的残留物小心用玻璃棒松开（避免有压成的块），置于 $105 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的恒温烘箱中干燥至恒重（两次称量误差 0.0004 克）。

碱不溶解残留物% (X) 按下式计算

$$X = \frac{(G_2 - G_1) \times 100}{G \times (100 - W)} \times 100$$

式中： G_2 ——盛有残留物的滤器重量，克；

G_1 ——空滤器重量，克；

G ——试样重量，克；

W ——试样水份%。

纸及纸浆抽出液电导率的测定

测定方法系基于纸浆与纸的水抽出液中，含有带电的离子，带电的离子在电场的影响下移动而输送电子，所以有导电作用，由导电能力的强弱，测得电导率。

(一) 应用仪器和器皿

(1) 电导仪——测定范围至少由45—75,000欧姆，测定误差不超过1%。

(2) 铂金或不锈钢电极。

(3) 恒温水浴。

(4) 空气冷凝管直径10~15毫米，长700~800厘米。

(5) 硬质玻璃或石英三角瓶。

(二) 应用试剂和溶液

(1) 0.01N氯化钾溶液（二次结晶）。

(2) 电导率不大于 $4 \times 10^{-8} \Omega^{-1}, \text{Cm}^{-1}$ 的蒸馏水。

(三) 测定方法和计算

称取风干纸样5克（称准至0.01克）剪成5×5毫米大小的碎块（纸浆称量为3克，剪成1×1厘米大小的碎块）放入硬质玻璃或石英的三角烧瓶中（三角烧瓶预先经多次加入蒸馏水，煮沸处理，直到蒸馏水的电导率不变为止）。加入50倍于试样量新煮沸之蒸馏水（蒸馏水的电导率不大于

$4 \times 10^{-9}, \Omega^{-1}, \text{Cm}^{-1}$)。用包有铝箔的橡皮塞将瓶塞紧，在橡皮塞中插入一根长600—700毫米的玻璃管，作为空气冷凝管，置入已沸腾的水浴中煮沸1小时，将锥形瓶自水浴中取出，倾出抽提液至一洁净干燥的三角烧瓶中，塞紧瓶塞，冷却到 25°C ，倾一定量滤液至电导池中，液面高出电极2—3厘米电导池放在 25°C 的水浴中，5分钟后进行电导率的测定，操作宜快，以免吸收 CO_2 引起误差。

电导池常数 C ——测定已知电导率 (0.01N 氯化钾) 的电阻求得。

$$C = X_1 \cdot R_1 \cdot K_1$$

式中： $R_1 K_1$ ——相当于平衡时的电阻刻度和倍率；

X_1 —— 0.01N 氯化钾溶液在 25°C 时电导率为
 $0.001412 \Omega^{-1} \text{Cm}^{-1}$ ；

电导率 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{C}{RK} \cdot \Omega^{-1} \cdot \text{Cm}^{-1}$$

式中： C ——电导池常数、厘米 $^{-1}$

R ——电阻刻度、欧姆

K ——倍率

电导率测定结果二次平行试验的算术平均值，它们之间的误差不得超过电阻绝对值5%。

纸浆纤维形态均一性的测定

测定方法基于当纸浆中的纤维细胞壁保存程度不同时，对铜氨溶液有不同的膨胀能力。

一、取样及处理

取具有代表性的试样，备用。

二、仪器和试剂

铜氨溶液。其组成与QB120—61粘度测定中相同。

0.1%番红溶液。

5毫升刻度吸管。

15毫升有塞细颈玻璃瓶。

秒表。

显微镜及载玻片，盖玻片。

滴瓶。

冰水浴。

三、试验方法和计算

称取7—10克试样，在蒸馏水中浸湿30分钟后，在搅拌器中打散，用热蒸馏水洗涤，吸滤去水份，分散为小块，置入洁净的有塞玻璃瓶中，称取一定量测定水份。

另称取二份含有0.17克绝干料的纤维试样，称准至0.01克放入二个细颈瓶中，往瓶中加入蒸馏水，使每瓶中总含水

量为5.35毫升，然后摇至瓶中浆团完全消失。另在一细颈瓶中放入铜氨溶液，并连同以上两个玻璃瓶放入冰水浴中，浸渍30分钟。

到达规定时间后，准确移取铜氨溶液4.25毫升，注入盛有试样的细颈瓶中，塞紧瓶塞，摇动15秒，放入冰水浴中45秒，然后从每个细颈瓶中迅速移出浆液各两滴，于载玻片上，并立即滴入2~3滴0.1%番红溶液于标本上，迅速用玻璃棒混合悬浮物及颜料，以中断纤维膨润过程，标本用盖玻片盖上，多余的液体用吸水纸吸去。

标本用160倍显微镜观察，辨别两种标准的纸浆纤维膨胀外形：

A形——布满细胞壁外层边沿凸出的螺旋网的圆筒形外形，这些外形的变态是球形膨胀的纤维。

B形——失去细胞壁外层的，宽的圆筒形外形并具有明显可见的细胞腔，特点是透明和吸收颜料少。

在每个视野中，计算纤维总量和属于B形纤维数量，确定其算术平均值，每个样品由4个标本计算，每个标本看10个视野。

形态的均一性（含有失去细胞壁外层的纤维）的百分数（X）按下式计算：

$$X = \frac{C \times 100}{M}$$

式中：C——属于B形的纤维的数字平均值。

M——纤维的数字平均总量。

分析结果取整数百分数。

四、注意事项

1. 移取反应后试样和滴入番红液以及搅匀三个步骤须迅速进行。
2. 短碎纤维不予计算。

纸及纸浆灰分中微量二氧化硅的测定

纸及纸浆灰分中微量二氧化硅的测定，是将纸及纸浆灼烧至无黑色炭素的灰分与 Na_2CO_3 混合熔融后与钼酸铵作用生成硅钼黄 ($\text{pH} \approx 1.2$) 与标准铬酸钾溶液进行比较 (其生成物大致是 $\text{SiO}_2 \cdot 12\text{MoO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$)。

一、试剂及器皿

钼酸铵溶液；

草酸溶液；

铬酸钾标准比色液：此溶液 1ml 相当 0.1mg SiO_2 。

1% 四硼酸钠溶液；

无水碳酸钠	一级
磁蒸发皿	150ml
铂坩埚	20~30ml
容量瓶	50ml

光电比色计 (紫色滤光片) 采用透光范围为 400~450mu 的滤光器。

或钠氏比色管一组。

二、测定手续

精确称取试样 20 克 (同时另称取试样测定水分) 于磁蒸发皿中，先在低温下灼烧至炭化，再移入高温炉中于 500~600°C 灼烧至无黑色炭素。

将灼烧后的灰份移入铂坩埚中与1克无水碳酸钠均匀混合，并在900°C温度进行熔融。将熔融物冷却后用2毫升1:4 H₂SO₄及少量的蒸馏水浸取熔融物，将浸取液滤入50毫升容量瓶中，并用少量蒸馏水洗涤铂坩埚及滤纸数次，滤液及洗液的总体积不应超过45毫升。

又另取9个50毫升容量瓶，分别精确注入0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0毫升K₂CrO₄标准溶液及25ml Na₂B₄O₇溶液，加水稀释至约45毫升。

将试液及标准溶液的容量瓶中，分别加入3毫升钼酸铵溶液，混合均匀5分钟后再加入1.5毫升草酸溶液，稀释至刻度，充分摇匀。待10分钟后将试液与标准液进行比较。

如采用光电比色计测定，则应将各标准溶液分别在光电比色计上测定其光密度，再根据标准溶液的浓度与光密度的关系绘制标准曲线。再测出试液的光密度，根据标准曲线求得相当的SiO₂含量。

SiO₂ (毫克/公斤) 按下式计算：

$$\text{SiO}_2 \text{ (毫克/公斤)} = \frac{R \times 1000}{G \times (100 - W)} \times 100$$

式中：R——由标准曲线求得相当的SiO₂量，克；

G——试样重，克；

W——试样水份，%。

注：如无光电比色计则可将试液及标准铬酸钾溶液移入纳氏比色管中进行比较。

纸及纸浆灰份中钙含量的测定

本测定方法是将灰份中钙离子，在 $\text{pH} \approx 12$ 时以紫尿酸铵为指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由红变紫即为终点。

一、试剂及器皿

10% NaOH 或 KOH 溶液。

5% 紫尿酸铵指示剂：

0.05N EDTA 标准溶液

磁蒸发皿 150ml

二、测定手续

精确称取试样 10 克（同时另称试样测定水份）于磁蒸发皿中，置 $500 \sim 600^\circ\text{C}$ 高温炉中灼烧至无黑色炭素。冷却后加入 1:1 HCl 5 毫升及水 50 毫升溶解之。将溶液移入 250 毫升三角瓶中，用 50 毫升蒸馏水洗涤蒸发皿数次，洗液一并移入 250 毫升三角瓶中加入数毫升 NaOH 或 KOH 至使溶液 $\text{pH} \approx 12$ ，再加入 10~15 毫克紫尿酸铵指示剂，混合均匀。用 0.05 N EDTA 标准溶液滴定至溶液由红色变为淡紫色为止。

钙离子 (%) 含量按下式计算：

$$\text{Ca}^* \% = \frac{N \times V \times 0.020}{G} \times 100$$

式中：N——EDTA 标准溶液当量浓度；

V——滴定消耗EDTA标准溶液体积，毫升

0.020——与1毫升1N EDTA标准溶液相当的钙量，克；

G——绝干试样重，克。

注：①如Fe和Al含量超过0.02%时可以加入0.2克酒石酸钾钠以消除干。

②也可用1%钙指示剂代替紫尿酸铵，其颜色由红色经紫色变为纯蓝色，即为等当点。

③滴定液留作测定镁离子用。

紙及紙漿灰份中鎂含量的測定

原理 本方法是將測定鈣以後之溶液加酸酸化，用絡黑T作指示劑，以EDTA標準溶液滴定之。

一、試劑及器皿

氨-氯化銨緩沖溶液 pH ≈ 10

0.5% 絡黑T指示劑；

剛果紅試紙；

1:1 HCl。

二、測定手續

將測定鈣離子以後的溶液，加1:1 HCl進行中和至剛果紅試紙變為藍紫色為止，放置5~10分鐘，待溶液退為無色後（若顏色不褪時，可將溶液加熱至40~50°C使之褪色）。再加入10% NaOH 使剛果紅試紙剛變紅後，加入10毫升緩沖溶液及15~20滴絡黑T指示劑。用EDTA標準溶液滴定至溶液由淡紫色經紫藍色變為藍色為止。

Mg*(%)按下式計算

$$\text{Mg}^* \% = \frac{N \times V \times 0.012}{G} \times 100$$

式中：N——EDTA標準溶液當量濃度；

V——滴定試液消耗的EDTA體積，毫升；

0.012——與1毫升1N EDTA相當的Mg*量，克；

G——絕干試樣重，克。

纸浆，纸与纸板纤维长宽度的测定

(显微镜法)

本方法是将纤维染色后，在显微镜下测量其长宽度。由测定的数据来判断纸浆品质的好坏。

一、取样及处理

在浆板或纸张中按不同位置取具有代表性样品1—2平方厘米，置于试管中，加水煮沸数分钟，备用。如为不易分散的高施胶，加填纸张，则以1% NaOH溶液浸没后，煮沸3~5分钟，倾去碱液，用水洗两次，再以0.1N HCl浸没试样放置数分钟，倾去酸液，以水洗至无酸性后备用。

生产过程中的纸浆则取代表性的浆样备用。

二、仪器、器皿及试剂

显微镜 40~400倍

标准测微尺：物镜标准测微尺形状似载玻片，片子中部有长1mm分成100格之刻尺，每一刻度=0.01mm或10 μ （微米）。

目镜测微尺：系一块可自由装卸在接目镜筒中之圆形玻片其中部有一划分为50或100格的刻尺。

载玻片十余块：长方形薄玻片，要求无色，表面平滑内部没有汽泡，边缘光滑。

盖玻片一盒：比载玻片薄得多，要求同载玻片。

载玻片，盖玻片使用前应用肥皂水煮沸10~20分钟，用自来水洗净，干燥后浸于50%酒精液中备用。

无锈镊子及小针数枚。

氯化锌碘染色剂：即赫兹波格染剂。

三、试验步骤及结果计算

目镜测微尺的校正：

用绒布将显微镜清洁（擦镜头玻片应另用专备的清洁柔软绒布）。将标准测微尺置载物台上，将目镜上部卸下，装入目镜测微尺再将卸下部份装上旋紧。固定焦点后，调整二刻尺之开始刻度相重合，分别记下目镜测微尺及标准测微尺的刻度值，按下式求出目镜测微尺刻度值（K）

$$K = \frac{\text{标准测微尺刻度}}{\text{目镜测微尺刻度}} \times 0.01 \text{ mm}$$

例：目镜测微尺的50格与标准测微尺的80格相等，则目镜测微尺的每一刻度值为

$$K = \frac{80}{50} \times 0.01 \text{ mm} = 0.016 \text{ mm}$$

此值求出后，将标准尺取下，保存好。

注：因显微镜的各套镜头系统大小是不同的，故不同仪器，不同放大倍数都应重新确定目镜测微尺刻度值（K）。

2. 纤维镜片的制备与观察

用镊子在不同部位取下纤维少许，置载玻片上，加2滴氯化锌碘染剂于纤维上，迅速用针拨动使纤维均匀散开。盖上盖玻片，用滤纸吸去过剩染剂，然后将玻片置显微镜载物

台上观察。

3. 纤维观察

测量纤维长度时，将一根纤维的一端放在目镜测微尺的零点，使纤维与刻尺平行重合，量至纤维另一端，记下刻尺上刻度数，即一根纤维的长度。量纤维宽度时使一纤维与刻尺垂直，数其所占刻度数，即一根纤维的宽度。测长度时放大40—70倍。测宽度时放大300~400倍。非纤维状的细胞一律不测量。测量纤维的总量不得少于200~300根。

为了便于统计，先在记录纸上分好若干长宽度范围。依次分别测量视野内的每根纤维的长宽度，记录在所属的长宽度范围内。

如遇棉花及韧皮等纤维太长的原料，常不用显微镜观测而用刷子将纤维梳理整齐，分散在黑色绒布上，用10倍的放大镜测量。

纤维长(宽)度(X)mm按下式计算

$$X = \frac{L}{b} \times K$$

式中：L——测量每根纤维所占目镜测微尺格数的总和，格

b——被测纤维根数。

K——校正后目镜测微尺每格相当的绝对长度，mm。

以所有被测纤维的平均纤维长(宽)度值，最大值和最小值报告测定结果。

各种纤维长宽度比较表

原 料	长 度 (mm)		宽 度 (μ)		长宽比 (倍)
	一 般	平 均	一 般	平 均	
马 尾 松	2.23—5.06	3.61	36.3—65.7	50.0	72
红 松	2.45—4.10	3.62	39.2—63.8	54.3	67
落 叶 松	2.28—4.32	3.41	29.4—63.7	44.4	77
鱼 鳞 松	1.84—4.05	3.06	39.2—68.6	51.9	59
臭 松	1.75—4.05	3.29	39.2—63.7	51.9	63
山 杨	0.65—1.14	0.86	14.7—23.5	17.4	50
白 皮 桦	1.01—1.47	1.21	14.7—22.0	18.7	65
红 皮 桦	1.07—1.45	1.27	17.2—20.6	19.6	65
椴 木	0.55—0.79	0.68	13.2—18.3	15.8	43
槲 木	0.6—1.17	1.14	29.0—40.7	36.5	31
毛 竹	1.23—2.71	2.00	12.3—19.6	16.2	123
慈 竹	1.10—2.91	1.99	8.4—23.1	15.0	133
黄 竹	0.94—2.06	1.55	8.3—19.6	13.7	113
西 凤 竹	0.92—2.76	1.87	8.3—16.8	13.2	141
青 皮 竹	1.20—2.72	1.92	9.8—22.1	16.0	120
天水小毛竹	0.57—1.66	1.10	8.8—15.7	12.0	92
绿 竹	1.30—2.76	1.94	9.8—20.6	14.7	132
水 竹	0.92—2.59	1.75	10.8—19.6	14.2	123

原 料	长 度 (mm)		宽 度 (μ)		长宽比 (倍)
	一 般	平 均	一 般	平 均	
稻 草	0.47—1.43	0.92	6.0—9.5	8.1	114
麦 草	1.03—1.60	1.32	9.3—15.7	12.9	102
蔗 渣	1.01—2.34	1.73	16.7—30.4	22.5	77
龙 须 草	1.34—2.85	2.10	8.3—12.7	10.4	202
棉 杆 芯	0.63—0.98	0.83	21.6—34.3	27.7	30
玉 米 杆	0.52—1.55	0.99	8.3—18.6	13.2	75
高 粱 杆	0.55—1.77	1.18	7.4—15.7	12.1	109
芦 苇	0.6—1.60	1.12	5.9—13.4	9.7	115
油 包 草	0.59—1.92	1.40	7.4—11.3	10.2	137
小 叶 樟	0.55—1.60	0.99	8.6—17.2	11.4	87
芨 芨 草	0.77—1.66	1.23	5.9—13.7	9.7	127
向 日 葵 杆	0.59—1.56	1.01	14.7—29.4	20.9	59
蓖 麻 杆	0.58—0.96	0.92	21.0—29.4	26.0	35
乌 拉 草	0.61—2.30	1.12	4.9—9.3	7.1	158
胡 麻 杆 皮 部	2.58—21.9	8.53	15.7—32.8	25.4	336
胡 麻 杆 芯 部	0.44—0.65	0.54	10.8—19.6	16.8	32
马 连 草	1.16—2.03	1.59	8.3—10.8	9.4	170
烟 草 杆	0.72—1.29	1.17	19.6—34.3	27.5	43

原 料	长 度 (mm)		宽 度 (μ)		长宽比 (倍)
	一 般	平 均	一 般	平 均	
大 豆 秆	0.42—1.82	0.99	12.3—19.6	15.5	64
红 皮 草	1.05—2.06	1.58	11.3—19.6	15.7	100
狼 尾 草	0.86—1.64	1.25	9.8—12.3	16.9	415
荻	0.64—2.12	1.36	8.4—27.3	17.1	80
荻 芦 竹	0.70—1.79	1.28	13.7—19.6	14.6	88
芭 茅 秆	0.81—2.58	1.64	13.2—19.6	16.4	100
棉 秆 皮	1.40—3.50	2.26	15.7—22.9	20.6	113
桑 皮	3.86—10.8	7.18	10.8—22.1	15.5	463
檀 皮	2.39—5.52	3.56	9.8—18.6	12.9	276
枸 皮	5.00—7.8	6.07	14.7—26.0	26.9	290
雁 皮	3.04—4.75	3.87	17.2—24.5	20.8	186
亚 麻	8.0—40	18.3	8.8—24.0	16.0	1140
红 树 皮	2.91—4.70	3.84	10.8—15.7	14.2	270
槐 树 皮	2.70—6.45	4.84	16.8—37.8	28.6	170

纸与纸板纤维组成的测定

国家标准 (草案)

纸与纸板纤维组成的测定,是根据各种纤维对染色试剂的染色反应,及各种纤维所固有的形态,来鉴别纤维种类并测定其含量。

一、应用的仪器及试剂

1. 显微镜或投影显微镜或投影器:放大率 70~120 倍
2. 载玻片和盖玻片:
载玻片——75×25×1 毫米
盖玻片——22×22×0.1毫米
3. 解剖针和镊子
4. 赫兹波格染色剂 (Herzberg stain) (氯化锌碘染剂)
5. 舍律格尔染色剂 (Selleger's stain)
6. 格拉夫 "C" 染色剂 (Craff "C" stain)
7. 氢氧化钠溶液 1.0%

二、纤维镜片的制备

取有代表性的试样,切取 5 条宽 15 毫米长 50 毫米的纸条,浸于 1% 的氢氧化钠溶液中 3~5 分钟,然后浸于蒸馏水中更换水几次洗去碱性,未施胶的纸不必碱处理,只用蒸馏

水湿润即可。将纸条重叠，用镊子和针在其全部厚度上取下纤维少许，置于载玻片上，加蒸馏水1~2滴，再用镊子和针使之分散成单纤维，然后用滤纸吸干。如果试料中含有大量的填料，可将分离的纤维用水洗涤2~3次然后吸干，取选择好的染剂加2滴于纤维上，迅速用镊子和针拨动使纤维分散并着色均匀，经1~2分钟后盖上盖玻片，用滤纸将溢出染液吸去，试片即可供观察。

附：载玻片及盖玻片清洗后，保存在50%的酒精中，用时取出擦干。

三、染色反应

纤维的染色反应与原料种类，制浆方法，蒸煮及漂白程度有关，通常赫兹波格染剂多用于鉴别化学浆、破布浆、机械木浆，舍律格尔染剂多用于鉴别纤维的制浆方法及漂白程度，其颜色反应列表于下：

1. 赫兹波格染剂

破布浆纤维类（棉花、亚麻、大麻）……………酒红色

化学浆纤维类（针叶木、阔叶木、芦苇、蔗渣、稻麦

秆）……………蓝紫色

机械木浆纤维类 { 白色机械木浆……………草黄色

褐色机械木浆、半料浆、未漂

大麻、黄麻……………黄褐色

2. 舍律格尔染剂

机械木浆……………黄色

针叶木浆

（1）亚硫酸盐浆

未漂浆.....黄色

漂白浆.....红色

(2) 硫酸盐浆

未漂浆.....黄色

漂白浆.....蓝灰色

阔叶木浆

(1) 亚硫酸盐漂白浆.....带蓝的红色

(2) 苏打及硫酸盐浆

未漂浆.....蓝色

漂白浆.....蓝色

破布浆.....红色

3. 格拉夫“C”染剂

机械木浆.....鲜明的橙黄色

针叶木浆

(1) 亚硫酸盐浆

硬浆.....鲜黄色

中硬浆.....带绿的黄色

软浆.....淡红的灰色

漂白浆.....带浅紫的灰色至微弱的紫红色

(2) 硫酸盐浆

硬浆.....微弱的带绿的黄色

中硬浆及软浆.....深棕黄色至带黄的绿色和暗绿的灰色

漂白浆.....暗紫灰色至深紫色

阔叶木浆

(1) 亚硫酸盐浆

未漂浆.....浅黄绿色

漂白浆·····微弱的带紫的蓝色至轻微的带紫的灰色

(2) 苏打及硫酸盐浆

未漂浆·····微弱的蓝绿色至深蓝绿色和暗红的灰色

漂白浆·····深蓝色至深紫色

破布浆·····橙红色

黄麻浆

未漂浆·····鲜明的橙黄色

漂白浆·····浅黄绿色

稻草、竹子、蔗渣、亚麻浆：

硬浆·····浅黄至带浅绿的黄色

未漂浆及漂白浆·····带浅绿

的灰色至暗蓝的灰色和带紫的灰色

四、测定方法

1. 测量：

每个试样应制备纤维镜片至少两个，在70~120倍的显微镜或投影显微镜或投影器下观察，根据纤维的颜色反应及各种纤维固有的形态特征来识别纤维的种类，并分别测量各种纤维的长度，如用显微镜测量，则以视野的直径为纤维长度的测量单位，分别测计各测量视野中每种纤维的长度，如用投影显微镜或投影器测量，则选择有代表性的视野若干个，用测量轮分别测量各种纤维影相的长度，测量的纤维总数不得少于200~300根，测量时应将纤维束中的每根纤维分别计算，杂细胞不计（已包括在重量因数中）。

注：如条件许可应尽量采用投影显微镜或投影器，比用显微镜更快而准确。

2. 重量因数:

重量因数就是纤维单位长度的相对重量。所测各种纤维的总长度,乘以该纤维的重量因数,即为其在试样中的相对重量,则可以计算其重量百分比(重量因数参考附录1)。

3. 计算:

设 L_1, L_2, \dots = 各种纤维的总长度

W_1, W_2, \dots = 各种纤维的重量因数

则各种纤维的百分比可按下式计算:

$$\text{第一种纤维}\% = \frac{L_1 W_1}{L_1 W_1 + L_2 W_2 + \dots} \times 100$$

$$\text{第二种纤维}\% = \frac{L_2 W_2}{L_1 W_1 + L_2 W_2 + \dots} \times 100$$

附录:

1. 重量因数:

重量因数一般与原料种类有关,而制浆方法,原料产地及杂细胞除去程度等也影响其数值,试验者可以自行测定其常遇原料的重量因数,但为了试验方便,现将轻工业部造纸工业科学研究所测定的我国几种常用原料的重量因数列表于下以供参考:

纤 维 种 数	重 量 因 数
棉浆	1
亚硫酸盐针叶木浆 (云杉)	0.9
硫酸盐针叶木浆 (红松)	1.00
硫酸盐阔叶木浆 (桦木)	0.46
硫酸盐蔗渣浆	0.78
硫酸盐毛竹浆	0.74
硫酸盐荻浆	0.79
硫酸盐龙须草浆	0.55
硫酸盐麦草浆	0.52
硫酸盐稻草浆	0.52
硫酸盐苇浆	0.68
亚硫酸盐苇浆	0.52
棉短绒	1.21

纸中施胶剂种类的定性方法

一、仪器和药品

饱和蔗糖液

硝酸

约0.1N碘液

四硼酸钠 (硼砂)

0.1%茜素兰溶液

1%酚酞溶液

1%氢氧化钠溶液

0.1%硫酸溶液

0.5%苦味酸溶液

希氏试剂

米氏试剂

显微镜 (100~500倍)

二、试验方法:

1. 松香的鉴别

取纸样一小块,在其面上粘上一滴饱和蔗糖液,待其完全吸收后,在此点上滴入一滴浓硫酸,若呈玫瑰红色,则表示纸中有松香存在。

另一测定方法是把少量试样撕碎后,置入洁净而干燥的试管中,加入5毫升醋酐(或冰醋酸)加热煮沸,冷后倾出

清液于另一干净的小试管中，然后沿试管壁缓缓加入少量浓硫酸，在二酸接触处若呈玫瑰红色圈即表示有松香存在。

2. 淀粉的鉴别

取纸样一小块，在其面上滴入一滴碘液，静置约2分钟后，用水洗去剩余的碘液，纸上呈明显蓝色表示有淀粉存在。同时可将染色后的纸样置于100倍显微镜下观察，若蓝色颗粒大（约50~100微米）即为普通淀粉，若蓝色颗粒极细即为改性淀粉。

另一测定方法是把少量试样撕碎后，置入洁净的试管中加入约5毫升蒸馏水，加热煮沸，冷后滴入4~5滴0.1N碘液，若试液或纸样呈蓝色，表示有淀粉存在。

3. 硬脂酸的鉴别

取试样1~2克，撕成小块，放入干净之50毫升烧杯中，加入硼砂约1克及蒸馏水10毫升煮沸之，所得之水溶液冷却后，移入干净的试管中，若纸中含有硬脂酸即呈白色鱼鳞状闪光胶状液。若为松香则其溶液清澈或微混浊。试验时以已知施有硬脂酸胶和松香的纸进行对照，差别更为明显。

4. 三聚氰胺树脂的鉴别

(1) 茜素蓝法：将试样撕成条状置入盛有0.1%硫酸，0.1%茜素蓝染液中，煮沸约5分钟后，洗涤之，纸中若有蛋白质或树脂，经此处理后都能产生蓝色，未经处理纸呈白色。

区别三聚氰胺树脂或脲醛树脂，可将纸条在含有0.1%硫酸、0.1%染液中煮沸后，洗涤，含有三聚氰胺树脂的纸呈蓝色较深，含有脲醛树脂的纸显示蓝色较浅。

若在0.1%硫酸，0.1%染液处理前，将纸浸入1%氢氧

化钠液中，可以区别三聚氰胺树脂纸和蛋白质纸，因为三聚氰胺树脂纸显示出深蓝色，而含有蛋白质纸则无色。

(2)苦味酸法：将试样撕成条状，置入盛有苦味酸液中浸渍，煮沸约5分钟后，洗涤之，若纸中加有三聚氰胺树脂即呈深黄色不褪。不加树脂的纸洗后无黄色。

5. 石蜡的鉴别

取少量试样，按松香定性方法用冰醋酸热抽取，冷后溶液面上浮有白色析出物、石蜡量少时呈混浊状。

6. 动物胶及酪素：

取试样约0.5克，以1%氢氧化钠溶液10毫升煮沸之，过滤，并使滤液冷后，以酚酞为指示剂，用硝酸中和之，然后加入米氏试剂约5毫升，加热，若纸中含有动物胶或酪素，溶液呈淡红色至深红色。

希氏反应法：

取试样约1克，用温水抽出，抽出液冷却后，加入希氏试剂，冷却的试液2容积中加希氏试剂约1容积，如有白色无定形沉淀，即表示有动物胶或酪素存在。

纸中填料定性方法

一、试剂及溶液

磁坩埚

铂坩埚

比重1.19盐酸

10%氯化钡溶液

4:7氢氧化铵溶液

5%草酸铵溶液

分析用碳酸钠钾熔剂

1%，10%硫酸溶液

15—30%过氧化氢溶液

磷酸氢二钠固体

硫酸氢钾固体

二、试验方法

加有填料的纸一般灰份均在1%以上，进行填料组成定性分析时，先将试样按灰份测定方法进行灰化，按以下方法进行定性：以盐酸润湿灰份后，将灰份全部移入烧杯中，加总酸量为5毫升，加水至约50毫升，煮沸后以定量滤纸过滤并洗涤残渣，取其滤液及洗液的一部分加10%氯化钡若干滴，煮沸之，若有白色混浊产生，示有硫酸物。

剩余之滤液中加过量之氨水，白色絮状产生示有铝。过滤之，加草酸铵于滤液中，加热至沸，若有钙则产生白色混

渣沉淀，如有大量之钙及硫酸物，则示纸中有硫酸钙($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

将不溶于盐酸之残渣连滤纸移入铂坩锅中，焚去滤纸，然后加约5倍于灰份的碳酸钠钾熔剂，熔融一清澈之熔体。用热水溶解，过滤，滤液加浓盐酸蒸干，再以温热的稀盐酸抽提并过滤，不溶性之残渣（絮状）为二氧化硅，灼烧后为白色粉状晶体。滤液加10%氯化钡，如有白色混浊物产生示有硫酸物。

将不溶于热水的熔融物，加盐酸溶解、并过滤、滤液中加1%的硫酸，如有白色沉淀，示有钡存在。滤去沉淀物，在滤液中加入氢氧化铵微过量而沸腾之，如有白色胶状沉淀示有铝。过滤、滤液中再加入过量的草酸铵溶液，如产生白色沉淀示有钙。过滤，滤液中加少量磷酸氢二钠，充分搅拌，有白色晶状沉淀产生示有镁存在。

根据上列定性，大量之氧化钙及溶于盐酸之硫酸盐表示有 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。在不溶性残渣中，有钡及硫酸盐存在表示填料有 BaSO_4 存在。有能溶于盐酸而发泡之钡盐即为 BaCO_3 。如灰份呈碱性而有能溶于盐酸之钙，则为 CaCO_3 。大量之二氧化硅及铝，不论有无钙、镁，均示有粘土，但如镁量甚多则填料中有滑石粉（粘土中氧化镁含量很少，滑石粉中含氧化镁约31%）。

纸灰份中含钛的定性将灰份和硫酸氢钾熔融，然后将熔融物溶于10%硫酸中，冷后滴入3—4滴过氧化氢溶液，如试液呈现黄色即示有钛，此时钛以 $(\text{TiO}_2(\text{SO}_4)_2)^+$ 复离子存在。

纸过滤速度与分离性能的测定

(QB142—61)

取样及处理

按轻标GB450—64进行之。

一、过滤速度的测定

过滤速度是指纸在一定的压力下，滤过一定量的水所需的时间，其结果以秒表示。

1. 测定方法

切取直径为9厘米的圆片，折成锥形，置于60度的漏斗中，用经过滤的蒸馏水加以润湿。

将润湿过的试样移置在铜丝圈架上，然后在试样折成的锥体内。加入15毫升经过滤的温度为 $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的蒸馏水。任其滤出3毫升后，测定过滤6毫升蒸馏水所需的时间(秒)。

试验结果以5个试样测定结果的算术平均值表示，准确至1秒。

二、分离性能的测定

分离性能是指纸分离沉淀物的能力，以分离氢氧化铁，碳酸锌或硫酸钡的沉淀表示。

2. 沉淀物的制备

(1) 氢氧化铁沉淀的制备

应用的试剂

0.5N 的三氯化铁溶液；

3.5% 的氨水；

2.0% 氯化铵溶液。

按 10 毫升氯化铵与 100 毫升三氯化铁的比例，在三氯化铁溶液中加入 2.0% 的氯化铵溶液。将溶液加热至 70°C 后，加入同容积的氨水，并保持温度为 70°C。

试验时应用 10~15 分钟内制备的沉淀物。

(2) 碳酸锌沉淀的制备

应用的试剂

0.5N 的氯化锌溶液；

0.5N 的碳酸钠溶液；

0.1N 的盐酸；

1% 酚酞的酒精溶液

在氯化锌溶液中逐渐加入 0.1N 的盐酸至沉淀溶解。然后加入同容积的碳酸钠溶液。加热至 70°C，在溶液中滴入几滴 1% 的酚酞酒精溶液，并逐渐滴入碳酸钠溶液，至溶液呈现微红色。

试验时应用 10~15 分钟内制备的沉淀物。

(3) 硫酸钡沉淀的制备

应用的试剂

0.5N 的氯化钡溶液；

比重 1.12 的盐酸；

比重 1.11 的硫酸。

在每 100 毫升 0.5N 氯化钡溶液中加入 1 毫升盐酸，加热至沸腾。然后，再在每 100 毫升氯化钡溶液中加入 2 毫升硫酸使之呈硫酸钡沉淀。

试验时应用10小时内制备的沉淀物

3. 测定方法

(1) 切取直径为 100 毫米的试样，折成锥形后置于颈长为 150 毫米的60度漏斗中，用蒸馏水湿润之，然后倾入按上述方法新制备的混浊沉淀物50毫升进行过滤，将滤液盛于洁净的锥瓶内。

(2) 测定分离性能时应用的沉淀物在纸的标准中规定之。

(3) 过滤沉淀物时，混浊液不得超过试样边沿 5 毫米。

(4) 将滤液在不小于 100 瓦电灯的照射下，检查其混浊情况。每一试样测定五次，每次均不应有沉淀物通过。

蒸煮原料合格率及杂物含量的测定

本方法是将试样中不合规格料及杂物选出，分别称重，然后计算其百分含量。

一、取样及处理

1. 采用蒸煮原料水份测定所取之试样

二、仪器及器皿

天秤：感量0.2克

手筛 40目

米尺 一把

标准筛 筛板分三级 筛孔一级 30×30 mm 二级 15×15 mm 三级 5×5 mm

三、测定方法及结果计算

2. 草、竹类：

切 料 规 格

原料种类	合格料长度范围	过长料	过短料
草 类	7~40mm	>40mm	<5mm
竹	7~30mm	>30mm	<5mm

称取具有代表性的试样100克（称准至0.2克）用40目筛，

加盖摇荡后，选出试样中之杂物（包括稻麦草中的谷、稗、沙石等），将筛屑连同杂物一并称量。然后将其余试样用米尺逐根（片）量其长度，按上表分别称量。计算如下：

$$\text{杂物及泥沙含量}\% = \frac{G_1}{G} \times 100$$

$$\text{过长不合格料(或过短不合格料)}\% = \frac{G_2}{G} \times 100$$

$$\text{合格率}\% = \frac{G_3}{G} \times 100$$

式中：G —— 试样重量，克；

G_1 —— 通过40目的碎屑及砂石杂物重量，克；

G_2 —— 过长料或过短料重量，克；

G_3 —— 合格料重量，克。

3. 木片

(1) 筛选法：

称取具有代表性的试样1000克，选出木节和朽木后，放入标准筛中进行筛选。（标准筛可以手摇或电动）先将木片倾入一级筛（最上层），在固定振次，振幅的条件下筛一定时间。试料水份与筛分时间的关系，可参考如下的规定进行：

试样水份（%） 小于15 15~30 大于30

筛分时间（分） 4 6 8

将各筛内木片分别称量，然后按下列各式计算

$$\text{木节、朽木、杂物}\% = \frac{G_1}{G} \times 100$$

$$\text{大片}\% = \frac{G_2}{G} \times 100$$

$$\text{小片}\% = \frac{G_4}{G} \times 100$$

$$\text{合格片} = \frac{G_3 + G_4}{G} \times 100$$

$$\text{木屑} = \frac{G_5}{G} \times 100$$

式中：G —— 试样重量，克；

G_1 —— 选出木棒、朽木杂物重量，克；

G_2 —— 留一级筛上之木片重，克；

G_3 —— 留二级筛上之标准木片重，克；

G_4 —— 留三级筛上之木片重，克；

G_5 —— 通过三级筛的木屑重，克。

(2) 测量法：

取具有代表性的试样200克，用米尺逐片测量其长度，将大于25mm，和小于10mm，分别挑出，称量。

其结果按下式计：

$$\text{大 片}\% = \frac{G_1}{G} \times 100$$

$$\text{小 片}\% = \frac{G_2}{G} \times 100$$

$$\text{合格片}\% = \frac{G - (G_1 + G_2)}{G} \times 100$$

式中：G —— 试样重量，克；

G_1 —— 大于25mm木片重量，克；

G_2 —— 小于10mm木片重量，克；

蒸煮原料水份的测定

本方法是以蒸煮原料试样干燥后所失去的重量与试样原重量之百分比。

一、取样及处理

送往蒸球的原料，若用箩筐送料，则从每箩中取具有代表性的试样，若用皮带输送机送料则可从输送皮带末端全宽度上每间隔一定时间取具有代表性试样，总共取样不得少于2公斤。应盛于带盖的铁桶中，混匀备用。

二、仪器及器皿

带盖铁桶：容量3~4公斤原料

试样盒 容量100~200克原料，铝制或白铁皮制。

天秤 感量0.2克或0.5克

恒温烘箱

或红外线辐射灯泡，220伏500瓦两个，并自制灯罩：高40厘米、长50厘米、宽30厘米、长方形灯罩上有出气孔，一方可以启闭。

三、试验步骤及结果计算

称取具有代表性的试样25~100克，置于已知重量的试样盒中，在120~125°C烘箱中干燥至恒重。或置于红外线灯泡下进行干燥至恒重。在干燥过程中每隔几分钟翻动试样

一次。

水份% (X) 按下式计算

$$X = 100\% \cdot \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

式中： G_2 ——试样盒及绝干原料重，克；

G_1 ——试样盒重，克；

G ——试样重，克。

两次平行测定结果误差不应超过0.5%

注：（1）因红外线灯泡辐射力强，故加灯罩以保护之操作时最好带上深色防护眼镜。

（2）干燥至恒重时间，与灯泡大小距离远近，及水份大小有关，故应根据设备条件，找出恒重所需时间。

在120--125°C烘箱中干燥，水份15—25%烘约1~

1 $\frac{1}{2}$ 时，水份含量25—40%烘1 $\frac{1}{2}$ ~ 2 $\frac{1}{2}$ 时即达恒重。

蔗渣含髓率的测定

本方法是将干燥后之蔗渣经20目筛后所减轻的重量，即为蔗糖含量。

一、取样及处理

采用蒸煮原料水份测定后之绝干蔗渣样。

二、仪器及器皿

天秤：感量0.2克；

手筛：20目筛孔，筛面25×25cm。

三、测定方法及结果计算

将已测定蒸煮水份后之绝干蔗渣样，倒入20目筛框内筛2分钟后，再将筛上蔗渣进行称量（称准至0.20克）。

蔗糖含量% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G_1} \times 100$$

式中：G₁——干蔗渣重，克；

G₂——筛后蔗渣重，克。

蔗渣酸度的测定

本方法是将蔗渣经热水抽提一小时，然后用0.1N NaOH 滴定抽出液中酸量。

一、取样及处理

采用蒸煮原料水份测定所取之试样。

二、仪器、器皿及试剂

2000毫升搪瓷盅或烧杯；

水浴；

天秤：感量0.2克；

0.1N NaOH标准溶液；

1%酚酞指示剂。

三、测定方法及结果计算

称取100克试样（称准至0.2克）置于搪瓷盅内，加85—90°C热蒸馏水500毫升，用表面皿盖上后，置沸水浴中加热一小时。在加热过程中，每隔15分钟搅拌一次。待规定加热时间到达后，取出搪瓷盅，用倾泻法量取50毫升抽提液于锥形瓶中，冷却后，加2—3滴酚酞指示剂，用0.1N NaOH溶液滴定至恰现红色。

蔗渣酸度（以 H_2SO_4 计）% (X) 按下式计算

$$X = \frac{V \times N \times 0.049}{G \times \frac{50}{500 + W}} \times 100$$

式中：V——滴定耗用0.1N NaOH体积，毫升；

N——NaOH溶液当量浓度；

0.049——与1毫升1N NaOH相当的H₂SO₄量，克；

G——试样绝干重，克；

W——蔗渣水份，%。

同时进行两次测定，取其算术平均值报告测定结果。要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值间误差不应超过0.4%。

碱法及硫酸盐法绿液及白液的分析

碱法：主要分析总碱量 NaOH 及 Na_2CO_3 含量。

硫酸盐法：生产控制主要分析为总碱、活性碱、总还原物其余项目根据需要选测。

一、取样及处理

硫酸盐液的组成放置过程中，易于发生变化，特别是使之与空气接触，更易发生变化。因此，取出的代表性试样，应贮存在一个完全充满又带橡皮塞的锥形瓶中。

分析尽可能迅速，如超过24小时，要在报告上注明。

二、试剂及溶液

精确波美计或比重瓶；

0.5N HCl 标准溶液；

0.1N I_2 标准溶液；

0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液；

10% BaCl_2 溶液；

20% H_2SO_4 溶液；

醋酸铅试纸；

25克/升 Na_2SO_8 或固体 Na_2SO_8 ；

10% ZnSO_4 （或醋酸锌）溶液；

20% HAC ；

甘油，（比重1.26）

40% 甲醛

0.1% 甲基橙指示剂,

1% 酚酞指示剂

三、测定方法及结果计算

1. 总碱量 ($\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{S} + \text{Na}_2\text{CO}_3$) 测定:

吸取 5 毫升试样于锥形瓶中, 加水约 50 毫升, 加 1—2 滴甲基橙指示剂, 用 0.5N HCl 溶液滴定至恰现微红色。

总碱量 (以 NaOH 计) 克/升 (X) 按下式计算:

$$X = \frac{V \times N \times 0.04}{5} \times 1000$$

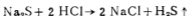
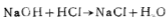
式中: V——滴定耗用 HCl 体积, 毫升;

N——HCl 溶液当量浓度;

0.04——与 1 毫升 1 N HCl 相当的 NaOH 量, 克。

两份平行滴定, 其误差不超过 0.15 克/升。

反应方程式:



2. 活性碱 ($\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{S}$) 测定: (如系碱法制浆则其全部为 NaOH)

吸取试样 25 毫升, 放入预先盛有不含 CO_2 蒸馏水约 200 毫升的 500 毫升容量瓶中, 加 10% BaCl_2 30 毫升 (分析绿液时则注入内盛 25 毫升水的 250 毫升容量瓶中, 加 BaCl_2 液 100 毫升)。待沉淀下沉后, 用清洁玻棒沾此液, 滴于稀 H_2SO_4 的试管内试之, 如无白色沉淀生成, 则再加 5 毫升 BaCl_2 液再

试之，直至得到白色沉淀为止。

加水稀释瓶内容量至刻度，静置，使碳酸盐、硫酸盐和亚硫酸盐下沉至约有 200 毫升清澈液为止（绿液为 100 毫升）。

吸取 50 毫升上层清液于锥形瓶中，加 1~2 滴甲基橙指示剂，用 0.5N HCl 溶液滴至恰现微红色。

活性碱（以 NaOH 计）克/升 (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times N \times 0.04}{25 \times \frac{50}{500}} \times 1000 = 16 \times V \times N$$

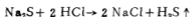
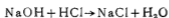
式中：V——滴定耗用 HCl 溶液体积，毫升；

N——HCl 溶液当量浓度；

0.04——与 1 毫升 1 N HCl 相当的 NaOH 量，克。

两份平行滴定，其误差不超过 0.4 克/升。

反应方程式：



3. 碳酸钠含量的测定：

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 \text{ 克/升} = (\text{总碱量} - \text{活性碱}) \times 1.325$$

4. 总还原物 ($\text{Na}_2\text{S} + \text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 测定：

吸取 25 毫升原试样于 100 毫升容量瓶中，稀释至刻度。

从滴管中放出 0.1N I_2 液 40~45 毫升于锥形瓶中，加 5 毫升 20% HAC，用 20 毫升水冲洗瓶及内壁，搅匀，然后注入 10 毫升稀释液于酸化的碘液中，用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定过量的碘，至淡黄色时，加淀粉指示剂，继续滴至兰色消失。

总还原物（以 Na_2S 计）克/升（ X_2 ）按下式计算：

$$X_2 = \frac{(V \times N - V_1 \times N_1) \times 0.039}{25 \times \frac{10}{100}} \times 1000$$
$$= (V \times N - V_1 \times N_1) \times 15.6$$

式中：V——加入0.1N I_2 体积，毫升；

N—— I_2 溶液当量浓度；

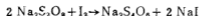
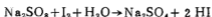
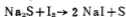
V_1 ——滴定耗用0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 体积，毫升；

N_1 —— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液当量浓度；

0.039——与1毫升1N I_2 溶液相当的 Na_2S 量，克。

两份平行滴定误差不超过0.20克/升。

反应如下：



5. 亚硫酸钠及硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$)测定：

吸取50毫升试样于250毫升容量瓶中，加入新配制的10% ZnSO_4 ，50毫升甘油，加水稀释之至沉淀下沉后，用玻棒粘一滴于醋酸铅试纸试之如现黑色则再加入5毫升 ZnSO_4 溶液至不再现黑色为止。加水稀释至刻度。摇匀静置沉清后用干燥滤纸过滤于干燥的锥形瓶中。最先过滤的滤液弃去。继将过滤的滤液吸取50毫升注入250毫升锥形瓶中，加入20毫升20% HAC至呈酸性。以淀粉为指示剂，用0.1N碘液滴至兰色不消失。

亚硫酸钠及硫代硫酸钠（以 Na_2SO_3 计）克/升（X）按下式计算

$$X = \frac{V_2 \times N \times 0.063}{50 \times \frac{50}{250}} \times 1000$$

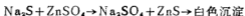
$$= V_2 \times N \times 6.3$$

式中： V_2 ——滴定耗用 I_2 溶液体积、毫升，

N —— I_2 液当量浓度；

0.063——与1毫升1N I_2 液相当的 Na_2SO_3 量、克。

其反应如下：



6. 硫代硫酸钠 ($Na_2S_2O_3$) 测定：

将第5条沉淀硫化物后之溶液吸取50毫升于锥形瓶中，加入5毫升40%甲醛溶液（使 Na_2SO_3 与甲醛作用生成甲醛——亚硫酸氢钠不与碘作用）及20毫升20% HAC溶液至呈酸性，以淀粉为指示剂，用0.1N碘液滴至兰色不消失。

硫代硫酸钠克/升 (X) 按下式计算

$$X = \frac{V_3 \times N \times 0.1581}{50 \times \frac{50}{250}} \times 1000$$

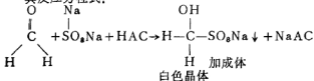
$$= V_3 \times N \times 15.81$$

式中： V_3 ——滴定耗用0.1N I_2 液体积、毫升；

N —— I_2 液当量浓度；

0.1581——与1毫升1N I_2 液相当的 $Na_2S_2O_3$ 量、克；

其反应方程式：



亚硫酸钠 (Na_2SO_3)含量计算:

$$\text{Na}_2\text{SO}_3 \text{克/升} = (\text{Na}_2\text{SO}_3 + \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8) \text{克/升} - 0.3987 \times \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8 \text{克/升}$$

硫化钠克/升 (X) 按下式计算

$$X = \left(\frac{VN - V_1N_1}{2.5} - \frac{V_2N}{10} \right) \times 0.039 \times 1000$$

注: 若亚硫酸钠及硫代硫酸钠含量低时, 只测总还原物计算成硫化钠量。

7. 多硫化钠 (Na_2S_x)的测定

根据溶液的颜色可粗略估计多硫化物的含量, 多硫化物含量很少时, 溶液呈淡黄色, 多时则呈橙棕色。故应根据试样多硫化物量而改变亚硫酸钠用量。

吸取试样 100 毫升于 250 毫升烧杯中, 加入 25 克/升 Na_2SO_3 5 毫升或等量固体亚硫酸钠。加热至 50°C 若 10~15 分钟后黄色仍不消失, 可再加亚硫酸钠, 再延长加热时间, 直至溶液变色为止。将溶液冷至室温, 转移至 250 毫升容量瓶中, 加入 5 毫升甘油及 10% ZnSO_4 40~50 毫升至醋酸铅试纸不显黑色为止。加水稀释至刻度。(参照前第 5 条进行)。

吸取 50 毫升滤液于 250 毫升锥形瓶中, 加入 5 毫升 40% 甲醛溶液, 30 毫升 20% HAC 至呈酸性, 以淀粉为指示剂, 用 0.1N I_2 液滴定至兰色不消失。耗 I_2 液设为 V_1 毫升。

吸取原试样 100 毫升于 250 毫升容量瓶中, 照第 5 条进行以除去硫化物。吸取滤液 50 毫升及 30 毫升 20% HAC 至呈酸性。以淀粉为指示剂, 用 0.1N I_2 液进行空白滴定, 设耗 I_2 液为 V_2 毫升。

多硫化物(S)克/升(X)按下式计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 0.032}{\frac{100}{250} \times 50} \times 1000$$

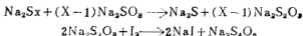
$$= (V_1 - V_2) \times N \times 1.6$$

式中： N—— I_2 液当量浓度；

0.032——与 1 毫升 1 N I_2 液相当的多硫化物 S 量克。

其反应方程式：

多硫化钠被亚硫酸钠处理转化为硫代硫酸盐反应：



8. 硫酸钠的测定：

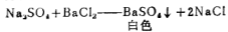
吸取 25 毫升试液于 250 毫升烧杯中，加 50 毫升水稀释之，用表皿盖上，慢慢从烧杯壁注入 20 毫升 HCl，缓缓煮沸，并置于蒸汽浴上蒸发成湿浆状。用 50 毫升热水溶解，用中等密度定量滤纸过滤之，再用约 75 毫升蒸馏水洗涤残渣。收集滤液及洗液于 250 毫升烧杯中，加入 2~3 滴甲基橙指示剂，滴加浓氨水至由红色转变为黄色为止。加入 5 毫升浓 HCl 后，将溶液加热至沸，在搅拌下加入 30 毫升 10% $BaCl_2$ 溶液，继续搅拌 1~2 分钟，使沉淀下降，约 1 小时后，用细密滤纸或铺有石棉并灼烧至恒重的古氏坩埚过滤之。至少用 250 毫升热水洗涤沉淀，将坩埚置于 105°C 烘箱中干燥后低温灼烧，使之炭化，然后置于马福炉中在 800°C 灼烧半小时后，于干燥器中冷却后称重。重复灼烧直至恒重为止。

硫酸钠 (Na_2SO_4) 克/升(X)按下式计算：

$$X = \frac{\text{BaSO}_4(\text{克}) \times 142.1}{25 \times 233.4} \times 1000 =$$

$$= \text{BaSO}_4(\text{克}) \times 24.34$$

反应方程式:



苛化碱液的分析

纯碱 (Na_2CO_3) 经石灰苛化后制得苛性碱, 本方法系以甲基橙为指示剂, 用盐酸滴定, 其转化后之 NaOH 量及剩余 Na_2CO_3 量。

一、取样及处理

取苛化完毕之澄清碱液于洁净锥形瓶中, 最初进入瓶中溶液洗瓶后倒回原池中。重新取样供分析用。

二、试剂及溶液

0.5N HCl 标准溶液,

0.1% 甲基橙指示剂;

10% BaCl_2 溶液。

三、测定方法及结果计算

1. 总碱量测定:

参照“碱法及硫酸盐法绿液及白液的分析”。

2. 氢氧化钠测定:

参照“碱法及硫酸盐法绿液及白液的分析中活性碱的测定”(在苛性碱液中的活性碱即氢氧化钠)

3. 碳酸钠测定:

碳酸钠 (Na_2CO_3) 克/升(X)按下式计算:

$$X = (\text{总碱量} - \text{氢氧化钠}) \times 1.325$$

4. 苛化率:

用 $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ 除以 NaOH 所得的百分数。

苛化率% (k) 按下式计算:

$$k = \frac{\text{NaOH}}{\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3} \times 100 \text{ (均以NaOH计)}$$

即
$$= \frac{V_1}{V} \times 100$$

式中: V ——滴总碱量时耗 0.5N HCl 体积, 毫升,
 V_1 ——滴氢氧化钠时耗 0.5N HCl 体积, 毫升。

苛化石灰泥渣分析

纯碱溶液或绿液中加入石灰进行苛化时， Na_2CO_3 如下式变为 NaOH 同时有 $\text{CaCO}_3\downarrow$ 生成，此沉淀称石灰泥渣。



此泥渣洗涤不充分时，尚含有钠化合物及多量 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 存在。求出此钠化合物及 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 量，可算出此等成份之损失。

一、取样及处理

在苛化泥渣池提取最后一次洗涤水后放渣前，取5~10克（若为泥浆状则取25毫升）于1000毫升量筒中，加水稀释至500毫升，时时搅拌，放置1小时过滤。

二、试剂及溶液

0.1N HCl标准溶液；

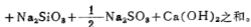
0.1%甲基橙指示剂；

10% $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液。

三、测定方法及结果计算

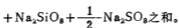
1. 量取滤液200毫升于锥形瓶中，以1~2滴甲基橙作指示剂，用0.1N HCl滴定之（耗用V毫升）。

滴定结果为： $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{Na}_2\text{S} +$



2. 量取滤液 200 毫升于锥形瓶中，加过量 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液，加热煮沸之，至氨臭消失为止。以 1~2 滴甲基橙为指示剂，用 0.1N HCl 滴定之（耗用 V_1 毫升）。

滴定结果为： $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{Na}_2\text{S}$



总碱量（以 NaOH 计）克/升 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{V_1 \times N \times 0.04}{G \times \frac{200}{500}} \times 1000 = \frac{V_1 \times N}{G} \times 100$$

石灰残留量 (CaO) 克/升 (X_1) 按下式计算：

$$\begin{aligned} X_1 &= \frac{(V - V_1) \times N \times 0.028}{G \times \frac{200}{500}} \times 1000 \\ &= \frac{(V - V_1) N}{G} \times 70 \end{aligned}$$

式中：V——含石灰试液滴定耗用 0.1N HCl 体积，毫升；

V_1 ——不含石灰试液滴定耗用 0.1N HCl 体积，毫升；

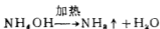
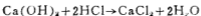
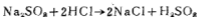
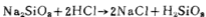
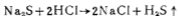
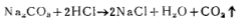
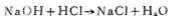
N——HCl 溶液当量浓度；

G——试样重或体积量；

0.028——与 1 毫升 1N HCl 相当的 CaO 量，克；

0.04——与 1 毫升 1N HCl 相当的 NaOH 量, 克。

反应方程式:



粗浆洗涤水可氧化物的测定

本方法系在酸性溶液中，用过锰酸钾在加热的条件下氧化纸浆洗涤水中的可氧化物，或测定洗涤水中碱度。

一、取样及处理

将具有代表性的湿纸浆，经铺滤纸的布氏漏斗过滤，洗涤水盛于洁净的锥形瓶中，最初滤液洗瓶后弃去。

二、试剂及溶液

25% 硫酸溶液；

0.1N KMnO_4 标准溶液；

0.1N 草酸标准溶液；

0.1N HCl 标准溶液；

0.1% 甲基橙指示剂或pH试纸。

三、测定方法及结果计算

量取 100 毫升纸浆洗涤水于锥形瓶中，加 5 毫升硫酸溶液，加热至沸腾。加入 10 毫升 0.1N KMnO_4 溶液。盖上表皿，从沸腾时算起 10 分钟（为了防止溶液溅出可加入少量浮石或玻璃渣），立即加入 10 毫升 0.1N $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液，在温度不低于 60°C 用 0.1N KMnO_4 进行滴定过量的 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 至恰现淡红色。

可氧化物（以 O_2 计）毫克/升(X)按下式计算：

$$X = \frac{((V_1 + V_2) \times N_1 - (V \times N)) \times 8}{100} \times 1000$$

式中： V_1 ——加入的 KMnO_4 溶液体积，毫升；
 V_2 ——反滴定时耗用的 KMnO_4 溶液体积，毫
 升；

N_1 —— KMnO_4 溶液当量浓度；

N —— $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液当量浓度；

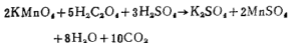
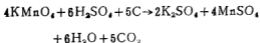
V ——加入 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液体积，毫升；

8——与1毫升1N KMnO_4 相当的 O_2 量，

毫克。

注：用 KMnO_4 法所得的可氧化值，受加热温度及沸腾的影响，故应严格遵守操作，否则不易得准确的结果。若加入10毫升 KMnO_4 溶液无色，则可少取试样或增加 KMnO_4 用量。

反应方程式：



2. 碱度的测定：

量取纸浆洗涤水100毫升于锥形瓶中，加入1~2滴甲基橙指示剂，用0.1N HCl溶液滴定之，（或用pH试纸在洗涤水中浸渍半秒钟后，取出与标准色板比较，即得pH值）。

洗涤水含碱量（以NaOH计）克/升(X)按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.04}{100} \times 1000 = V \times N \times 0.4$$

式中：V——滴定耗用 0.1N HCl 体积，毫升；

N——HCl 溶液当量浓度；

0.04——与 1 毫升 1N HCl 相当的 NaOH 量，克。

收 获 率 的 测 定

本方法是原料绝干重量与经蒸煮后粗浆或漂白后浆的绝干重量的百分比率。

一、取样及处理

采用测定蒸煮原料水份之风干试样作测定蒸煮收获率的试样

二、仪器及器皿

试验室蒸锅或蒸球；

小圆桶：四周和上盖下底都具有约1厘米直径的梅花眼，桶内垫一层40目做的铜丝布袋；

粗天秤：感量0.5克；

白布袋：（或在80目铜丝布筛上冲洗）；

铝盒：二个；

手摇螺旋压榨一台，附有漏水方盒及木板数块；

离解器一台。

三、测定方法及结果计算

1. 试验室内小型测定收获率法：

（1）蒸煮收获率：将称好原料，在小型蒸煮器内，按照选定工艺进行蒸煮后，将其中浆料全部放入套有白布袋的瓷桶中（勿损失浆样），将布袋取出用清水冲洗干净，把浆料

分次转入湿浆离解器中离解后，再放入布袋中用清水冲洗干净。然后，把盛有浆料的布袋置于有孔的活底方盒中，压榨至浆料含70~80%水份，取出布袋揉散后，将全部浆料转入已称重的磨口玻盖标本瓶中称重。平衡数小时，然后充分摇动混合粗浆，并称50克浆料2份分别装于已称重的铝盒内，放入120~125°C烘箱中，干燥至恒重。

蒸煮收获率%(X)按下式计算：

$$X = \frac{(W - W_1) \times y \times 100}{G}$$

式中：G——装锅原料绝干重，克；

W_1 ——标本瓶重，克；

W——标本瓶加湿粗浆重，克；

$$y \text{——粗浆干度系数} = \frac{\text{试样绝干重(克)}}{\text{试样湿重(克)}}。$$

(2)漂白收获率：根据粗浆水份，计算余下的粗浆绝干重，然后按选定的漂白工艺进行漂白后，把浆移入白布袋中，用清水洗净，挤干，揉散后，全部移入已称重的磨口玻盖标本瓶中称重，平衡数小时后，混匀并称取50克湿浆两份，于已称重的铝盒内，在120~125°C烘至恒重。

漂白收获率%(X_1)按下式计算：

$$X_1 = \frac{(G_2 - W_1)}{G_1} \times y \times 100$$

式中： G_1 ——粗浆绝干重，克；

G_2 ——标本瓶加漂后湿浆重，克；

W_1 ——标本瓶重，克；

y——湿浆干度系数。

$$(3) \text{成浆率}\% = X \times X_1 \times 100$$

2. 生产上收获率的测定法

(1) 蒸煮收获率：用四分法分样后，称取相当于绝干试样500克，于瓷缸中，当车间开始装球时，按球间蒸煮条件，将水与药品配成混合液，倒入装试样的瓷缸中，仔细拌匀后，全部倒入内垫一层40目铜丝布的小圆桶内。盖紧盖子，并用螺丝或铅丝扎牢，勿使在运转中松开。在大球装料约半球时，把小圆桶投入大球中蒸煮。亦可将小圆桶挂在固定于球盖下方的铁链上（铁链长度约为球直径的 $\frac{3}{4}$ ）。

蒸煮完成后，将圆桶取出，打开小桶盖，将熟料倒入白布袋内，用清水冲洗干净，压干后撕成小块，全部定量转移于已知重的标本瓶中称重，混匀后取50克湿浆试样于已称重铝盒中，放在120~125°C烘箱中，干燥至恒重。

蒸煮收获率%计算同前。

(2) 漂白收获率及成浆率的测定和计算，完全与前1项中(2)、(3)相同。

(3) 成浆收获率的测定：

原料送入车间时全部过称，求得净重→切料后取样测定水份，计算装球原料的绝干重量→蒸煮后在半浆机内洗涤疏解→漂白洗涤，测定漂浆绝干重量。

当漂浆机最后运转时，取样测定浓度，停止运转后，测量漂浆机内浆料体积，计算漂浆绝干总重量，计算成浆率。

$$\text{成浆率}\% = \frac{C \times V}{G} \times 100$$

式中：C——浓度，克/升或公斤/米³；

V——漂浆体积，米³；

G——未切料绝干重，公斤。

- 注：①洗时必需用布包住水龙头，以免水中污物混入浆中；
②以上1、2两条收获率计算未包括原料切损。2条第(3)款收获率计算已包括切损在内。

水解液中还原糖的测定

本方法以菲林氏液遇还原糖起作用，生成氧化亚铜，多余的非林氏液用碘化钾还原，所生成的游离碘，可用硫代硫酸钠滴定。

一、取样及处理

用洁净锥形瓶盛取水解液备用。吸取水解液 10 毫升置 100 毫升容量瓶内，稀释至刻度，摇匀。

二、试剂及溶液

菲林氏 I 液：硫酸铜溶液；

菲林氏 II 液：酒石酸钾钠溶液；

20% KI 溶液；

25% H_2SO_4 溶液；

0.1N $Na_2S_2O_3$ 标准溶液；

0.5% 淀粉指示剂。

三、测定方法及结果计算

1. 菲林氏溶液浓度测定：

用吸管吸取甲、乙两液各 5 毫升于锥形瓶内，在电炉上煮沸，并缓缓加入 10 毫升蒸馏水，在加入过程中维持溶液沸点。加热煮沸三分钟，速在自来水下冷却至 $20\sim 25^\circ C$ ，加入 5 毫升 KI 及 5 毫升 H_2SO_4 （应有多量黄色沉淀生成）析出

之碘用0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液滴至淡黄色时，加淀粉 2 毫升，继续滴至兰色消失。

2. 试液测定：

吸取甲、乙两液各 5 毫升于锥形瓶内，在电炉上煮沸，缓缓加入 10 毫升稀释试样。其余手续全部同上。

还原糖克/升 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{(V - V_1) \times \frac{N}{0.1} \times 3.2}{10 \times \frac{10}{100}} = (V - V_1) \times 3.2$$

式中：V——滴定菲林氏溶液耗用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 体积，毫升；

V_1 ——滴定试样耗用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 体积，毫升；

N —— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液当量浓度；

3.2——0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液 1 毫升相当于 1 立升值中的还原糖数，克。

中性亚硫酸盐法废液中 亚硫酸盐含量的测定

一、取样及处理

用三角瓶取放锅时废液至满，立即以橡皮塞塞紧，置冷水槽冷却至室温，迅速进行亚硫酸盐的测定。

二、仪器及试剂

- 250 ml 带磨口塞的三角瓶；
- 0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液；
- 0.1 N 碘标准溶液；
- 1 : 1 的盐酸或 20% 醋酸溶液；
- 0.5% 淀粉指示剂。

三、测定方法及结果计算：

准确量取 25 ml 0.1 N 碘标准溶液于预先盛有 50 ml 不含 CO_2 的蒸馏水及 1 ml 1 : 1 的盐酸或 5 ml 20% 醋酸的 250 ml 带磨塞的三角瓶中，再用吸管吸取 10 ml 中性亚硫酸盐废液，塞上瓶塞放置 5 分钟，然后用 0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色，加入 5 ml 淀粉指示剂，继续滴定至蓝色消失为止。

亚硫酸盐（以 Na_2SO_3 计）含量克/升 (X) 按下式

计算：

$$X = \frac{(N_1 V_1 - N_2 V_2) \times 0.06303}{V} \times 1000$$

式中：V₁——碘标准溶液的体积，ml；

N₁——碘标准溶液的当量浓度；

V₂——硫代硫酸钠标准溶液的体积，ml；

N₂——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度。

V ——亚硫酸盐废液的体积，ml。

0.06303 ——与 1 毫升 1N 碘液相当的 Na₂SO₃ 量，克。

2. pH 值的测定：

用 pH 计测定之。

碱法及硫酸盐法蒸煮黑液的分析

碱法及硫酸盐法蒸煮后的黑液，主要测定其中总碱量及活性碱量。硫酸盐法蒸煮液中，除含有碱外，还含有各种硫化物。

一、取样及处理

黑液组成与空气接触后易于发生变化。因此在取样时，必须贮一满瓶密封，并应立即进行分析，以免放置过久，组成有变化。

二、仪器、器皿及试剂

马福炉；

精确波美计或比重计；

20% 二氯化钡溶液。

20% 醋酸溶液。

85% H_3PO_4

$ZnCl_2$ 饱和液

$BaCl_2$ 饱和液

氧化锌氧化剂

2 N 盐酸溶液。

石油醚（沸点为40—60°C）。

硫酸锰——混酸溶液。

- 0.1 N 盐酸标准溶液。
- 0.1 N 及0.01N碘标准溶液。
- 0.1 N 高锰酸钾标准溶液。
- 0.1 N 硫酸亚铁铵标准溶液。
- 0.1N 氢氧化钠标准溶液
- 1 % 酚酞指示剂
- 0.5% 淀粉指示剂
- 甲基橙指示剂

1. 比重：用比重计或比重瓶测定。

将黑液冷却至 20°C 用精密比重计测定其比重准确至小数点后第三位。

若黑液浓度大可用比重瓶测定之。先将加热后流动性较好的黑液，置于已称重的比重瓶中并冷却至 20°C，如若黑液因冷却而收缩，应补充冷黑液充满之，然后将瓶塞上，洗净被挤出的黑液，擦干，称重，另用蒸馏水按标定温度装满比重瓶，称重如前。

$$\text{比重 (在 } 20^{\circ}\text{C)} = \frac{\text{黑液加瓶重} - \text{空瓶重}}{\text{水加瓶重} - \text{空瓶重}}$$

2. 总固形物

精确称取 1 克黑液于已恒重的扁形称量瓶中，瓶内在恒重前先加有石英砂和一个短玻璃棒。用玻璃棒搅拌均匀后称重，（即样品重）将称量瓶置于 100~105°C 烘箱内烘 4 小时取出冷却 30 分钟称重、再烘 1 小时后复行称重至恒重为止。

测定结果按下式计算：

$$\text{总固形物} = \frac{(G_1 - G_2) \times D}{W} \times 1000 \text{克/升}$$

式中： G_1 ——烘干后称量瓶及残渣重，克；

G_2 ——空称量瓶重，克；

W ——试样重，克；

D ——黑液比重

注：石英砂需先用 6N HCl 及 6N NaOH 各煮沸一小时。

3. 灰分及有机物：

取 5 毫升黑液置于已恒重的坩埚中称重，置电热板上低温烘干，再在电炉上烧去大部分有机物，加水润湿，加三滴甲基橙，缓慢滴入浓硫酸至显红色为度（可略过量），再加热蒸干逐去 SO_3 。置于马福炉中低温灼烧至 800°C ，灼烧至灰渣中无黑色炭素为止。如果灼烧后仍呈黑色，加 4 ~ 5 滴浓硝酸（比重 1.42）使黑灰润湿，再于 800°C 灼烧至无黑色炭素。将马福炉温度降至 400°C ，取出坩埚放置 5 分钟，移入干燥器中冷却半小时后称重。

测定结果按下式计算：

$$\text{灰分(无机物)} = \frac{(G_1 - G_2) \times D}{W} \times 1000 \text{克/升}$$

式中： G_1 ——灼烧后残渣及坩埚重，克；

G_2 ——空坩埚重，克；

W ——样品重，克；

D ——黑液比重。

硫酸盐灰份（以 NaOH 计）克/升 = (灰份克/升 - SiO_2 克/升) $\times 0.563$ 。

硫酸盐灰份克/升 \approx 全碱量（以 NaOH 计）克/升。

木浆黑液中 SiO_2 含量低，上式中 SiO_2 含量可略去不计
即灰份（无机物） \approx 硫酸盐灰份克/升

有机物克/升 \approx 总固形物克/升-灰份（无机物）克/升

式中： $0.563-\text{Na}_2\text{SO}_4$ 换算为 NaOH 之系数。

4. 二氧化矽 (SiO_2)

将测定灰份后的残渣，加入浓盐酸（比重1.19）于蒸发皿中，使残渣全部润湿，成酸性后再多加1~2毫升，在水浴上蒸干。再加入浓盐酸至全部润湿，再蒸干。然后移入 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘箱中烘1小时。

冷后加入浓盐酸至残渣全部润湿，加入热水以溶解残渣，并将其移入250毫升烧杯中，用热水洗净蒸发皿，洗液并入烧杯中，加水至溶液体积约100毫升，煮沸数分钟，趁热过滤于无灰滤纸中，用热盐酸溶液（1:20）洗涤残渣数次，再用热水洗涤至无氯根（用 HNO_3 酸化的 AgNO_3 检验之）。

将滤纸及沉淀放入已灼烧至恒重的铂坩埚中，烘干后小心炭化，然后将坩埚移入高温炉中。在 1000°C 下灼烧至灰渣无黑色炭素并恒重为止。计其重量为 G_1 。

将灼烧后之灰份加入硫酸（1:1）润湿之，再加约5毫升氟氢酸（ HF ），在通风橱内蒸发并且现白色的浓烟之后（蒸发干燥）移入高温炉中，在 900°C 灼烧至恒重，计其重量为 G_2 。

注：①蒸发 HF 必须在空气流通的通风橱内进行之，并须注意不触及皮肤或吸入酸烟。

② HF 不能用玻璃量器量体积，可直接倾入铂坩埚量其等体积。

测定结果按下式计算：

$$\text{SiO}_2 = \frac{(G_1 - G_2) \times D}{W} \times 1000 \text{克/升}$$

式中：D、W与上同。

5. 硫酸钠 (Na_2SO_4)。

取测定木质素之滤液加热浓缩或加水稀释至100毫升，以甲基橙为指示剂，加盐酸使溶液呈微酸性，然后加入10毫升10% BaCl_2 溶液（用稀 H_2SO_4 检验是否沉淀完全）煮沸15分钟，静置沉清后，过滤于无灰滤纸中，并用热水洗涤至无氯根为止。然后将滤纸及沉淀置入已灼烧至恒重的坩埚中，先低温炭化后移入高温炉中，于 800°C 灼烧至恒重，所增加的重量即为 BaSO_4 。

测定结果按下式计算：

$$\text{Na}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{BaSO}_4 \text{重} \times 0.6086}{10} \times 1000 \text{克/升}$$

6. 全碱量 ($\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{S} + \text{Na}_2\text{CO}_3$)。

第一法

吸取10毫升黑液移入已称重量的铁或镍坩埚中，再行称重，即试样重。先于低温加热蒸发干燥后，再移入高温炉中，灼烧至 800°C 使有机物全部烧去。冷却加入50毫升热水洗涤坩埚内全部残渣，过滤于定性滤纸中，用热水洗涤之，集滤液及洗液于250毫升锥形瓶中，加入1~2滴甲基橙指示剂，用0.1N HCl标准溶液滴定至恰现红色。

测定结果按下式计算：

$$\text{总碱量(以Na}_2\text{O计)} = \frac{A \times N \times 0.031 \times D}{W} \times 1000 \text{克/升}$$

式中：A——滴定时所耗用的HCl量，毫升；

N——HCl标准溶液当量浓度；

W——黑液重量，克；

D——黑液比重。

0.031——与1毫升1N HCl相当的Na₂O量，克。

第 二 法

取试样5毫升，或精确称取试样5克注入磁坩埚中，用甲基橙作指示剂，加1:1盐酸使溶液呈酸性，置水浴上蒸干，再在高温炉中灼烧成灰(约600°C)，取出，冷却，移入250毫升容量瓶中，并用水稀释至刻度混匀后，吸取25毫升置于250三角瓶中，加入1毫升5%铬酸钾指示剂，用0.1N硝酸银标准溶液滴定至溶液呈微砖红色为终点。

计算：总碱量(以Na₂O计)克/升

$$= \frac{V_{\text{AgNO}_3} \times N_{\text{AgNO}_3} \times 0.031 \times 1000}{5 \times \frac{25}{250}}$$

注：此法测出结果偏低，故计算时应加上硫酸钠含量校正。

7. 有效碱 (NaOH + $\frac{1}{2}$ Na₂S)

吸取25毫升黑液于250毫升容量瓶中(待黑液流完后紧靠瓶壁1分钟)，加入20%BaCl₂溶液20~40毫升(BaCl₂应过量)，轻轻摇荡，再加入已煮沸除去CO₂的冷水稀释至刻度，摇匀。待沉淀下沉后，吸取25毫升上层清澄液加入数滴酚酞指示剂，用0.1N HCl标准溶液滴定至红色消失为止。

测定结果按下式计算:

$$\text{有效碱(以Na}_2\text{O计)} = \frac{A \times N \times 0.031 \times 10}{V} \times 1000 \text{克/升}$$

或有效碱(以NaOH计)

$$= \frac{A \times N \times 0.040 \times 10}{V} \times 1000 \text{克/升}$$

式中: V——试样体积, 毫升;

A、N——同上。

若样品浓度 > 20% 固形物时, 应称重取样。

8. 硫化钠, 亚硫酸钠, 硫代硫酸钠的测定 总还原物 (Na₂S + Na₂SO₃ + Na₂S₂O₃)

吸取黑液25毫升于250毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度。摇匀, 用吸管吸取稀释液10毫升于250毫升锥形瓶中, 加水100毫升稀释之, 加入5毫升20% HAC使呈酸性。然后用0.1N I₂标准溶液滴定至以淀粉为指示剂呈现显著蓝色即为终点。

9. Na₂SO₃ + Na₂S₂O₃的测定

吸取黑液25毫升于250毫升容量瓶中, 加入ZnCl₂饱和溶液5毫升, 补充蒸馏水至刻度摇匀后, 静置澄清。吸取澄清液10毫升于250毫升三角瓶中, 加100毫升水稀释之, 加入5毫升20%醋酸, 使呈酸性, 用淀粉指示剂, 以0.1NI₂标准溶液滴至溶液微呈蓝灰色为止。

10. Na₂S₂O₃的测定

吸取黑液25毫升于250毫升容量瓶中, 加ZnCl₂饱和液5毫升和BaCl₂饱和液5毫升, 用少量水冲稀混匀后, 再稀释至刻度, 摇匀静置澄清。吸取澄清液10毫升于250毫升三

角瓶中，加100毫升水及5毫升，20% HAC，使呈酸性。用淀粉为指示剂，以0.1N I₂标准液滴至溶液呈蓝灰色为止。

测定结果按下式计算：

硫化钠含量（以Na₂S计）克/升

$$= \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 0.039}{25 \times \frac{10}{250}} \times 1000$$

亚硫酸钠含量（以Na₂SO₃计）克/升

$$= \frac{(V_2 - V_a) N \times 0.063}{25 \times \frac{10}{250}} \times 1000$$

硫代硫酸钠含量（以Na₂S₂O₃计）克/升

$$= \frac{V_a \times N \times 0.158}{25 \times \frac{10}{250}} \times 1000$$

式中：V₁——滴总还原物时耗用的I₂溶液，毫升；

V₂——滴Na₂SO₃ + Na₂S₂O₃量时耗用的I₂溶液毫升；

V_a——滴Na₂S₂O₃时，耗用的I₂溶液，毫升；

0.039——与1毫升1N I₂液相当的Na₂S量，克；

0.063——与1毫升1N I₂液相当的Na₂SO₃量，克；

0.158——与1毫升1N I₂液相当的Na₂S₂O₃量，克。

11. 木质素：

吸取黑液10毫升于事先盛有100毫升水的烧杯中，用玻璃棒搅拌均匀，加入稀盐酸（1：1）2~3毫升使pH值达到1~2，在热水浴中保温至全部木质素凝聚，溶液清晰为

止。放置沉清，趁热过滤于 1 G3 沙板坩埚中，用热水洗涤至无酸性为止。将坩埚及沉淀物移入 100~105°C 烘箱中烘至恒重为止。

测定结果按下式计算：

$$\text{木质素} = \frac{G_1 - G_2}{V} \times 1000 \text{ 克/升}$$

式中：G₁——坩埚及木质素重，克；

G₂——空坩埚重，克；

V——试样体积，毫升。

注：为了得纯木素的含量，可将已称重至恒重的木素坩埚用二氧六圆在索氏抽提器中提取之，所剩余之残渣在 105°C 干燥至恒重即非木素部份。

$$\text{纯木素含量克/升} = \frac{\text{酸沉淀木素一抽提后残渣重} \times 1000}{V}$$

12. 耗氧量。

吸取黑液 10 毫升于 1000 毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。于 250 毫升锥形瓶中，正确加入 10 毫升 0.1N KMnO₄ 标准溶液及 1 毫升饱和 NaOH 溶液。加入稀释后的黑液 5 毫升于锥形瓶中，摇匀后，加入 110 毫升近沸的蒸馏水。在沸水浴上煮恰为 30 分钟（使瓶中液体面低于沸水液面）。取下加入 25 毫升 MnSO₄ 溶液，用滴管准确加入 10 毫升 0.1N 硫酸亚铁铵标准溶液，待冷后，用 0.1N KMnO₄ 标准溶液滴定过量的亚铁离子至溶液呈现淡红色。另作一空白试验。

耗氧量按下式计算：

$$\begin{aligned} & \text{O}_2 \text{ 克/升} = \\ & = \frac{((V_1 N_1 - V_2 N_2) - (V_3 N_1 - V_4 N_2)) \times 0.008}{10 \times \frac{5}{100}} \times 1000 \end{aligned}$$

式中：V₁——加入标准KMnO₄溶液及回滴KMnO₄溶液总体积，毫升；

V₂——加入标准硫酸亚铁铵溶液体积，毫升；

V₃——作空白加入及回滴用KMnO₄标准溶液总体积，毫升；

V₄——空白加入硫酸亚铁铵标准溶液体积，毫升

N₁——高锰酸钾标准溶液当量浓度；

N₂——硫酸亚铁铵标准溶液当量浓度；

0.008——与1毫升1N高锰酸钾溶液相当的O₂量，克。

13. 易挥发性有机酸的测定。

吸取黑液10毫升于250毫升蒸馏瓶中，加入10毫升85% H₃PO₄及水40毫升，在油浴上蒸馏，每蒸馏25毫升，补加25毫升水，直至蒸馏出500毫升为止。取100毫升上述蒸馏液加0.5克HgO，回流20分钟，冷却，用水洗冷凝管内壁，过滤，并使滤液稀释至约为150毫升，用酚酞为指示剂，以0.1N NaOH标准溶液滴定至现红色。

再吸取100毫升蒸馏液用0.1N NaOH标准溶液滴定以酚酞为指示剂，滴定至现红色为止。

另取100毫升蒸馏液，用淀粉指示剂以0.01N I₂标准溶液滴定至呈蓝色为止。

测定结果按下式计算

总挥发性有机酸 (以 CH_3COOH 计) 克/升=

$$\frac{(V_2N - V_3N_3) \times 0.06003}{2} \times 1000$$

醋酸 (以 CH_3COOH 计) 克/升=

$$\frac{V_1N \times 0.06003}{2} \times 1000$$

蚁酸 (以 HCOOH 计) 克/升=

$$\frac{(V_2N - V_1N - V_3N_3) \times 0.04602}{2} \times 1000$$

式中: V_1 ——加 HgO 处理蒸馏液后滴定耗用 NaOH 溶液体积, 毫升;

V_2 ——滴定蒸馏液所耗用的 NaOH 溶液体积, 毫升;

V_3 ——滴定蒸馏液所耗用的 I_2 溶液体积, 毫升;

N —— NaOH 标准溶液当量浓度;

N_3 —— I_2 标准溶液当量浓度;

0.06003——与1毫升1N NaOH 溶液相当醋酸量, 克;

0.04602——与1毫升1N NaOH 溶液相当的蚁酸量, 克。

2 ——相当原黑液试样体积, 毫升。

注: 本测定项目所采用的方法是一轻工部造纸工业科学研究所, “1967年碱法和硫酸盐法黑液试行分析检验方法”。原方法是仿效亚硫酸溶液中易挥发性酸的测定方法。

14. 液体树脂含量的测定:

本测定方法应采取蒸馏锅排出的新鲜热黑液, 这时硫酸盐皂尚未从黑液中析出, 将所采取试样, 全部稀释至比重1.030 (20°C), 约5%全固形物, 搅拌, 使皂化物全部溶

解。

吸取 5 毫升稀释后的黑液试样，置扁形的有石英砂的已恒重的称量瓶中，于 105°C 烘干，至恒重，测定黑液中总固形物含量。

再吸取 100 毫升上述稀释试样，置 500 毫升分液漏斗中，加 5 毫升 15% H_2O_2 ，以防止硫化物以硫的形态析出，1 分钟后，加 5 毫升 20% Na_2SO_3 溶液，激烈摇动，再加 10 毫升 HCl 使之酸化，这时有沉淀析出，加 200 毫升丙酮和 50 毫升甲醇，充分摇匀，使酸化后析出的木素，再次溶解于有机溶剂的水溶液中，加 150 毫升石油醚，摇荡 10 分钟，静置 5 分钟，分层后，将下部水溶液放入第二个 500 毫升分液漏斗中，用 25 毫升 1:2:1，水-丙酮-甲醇，溶液洗石油醚溶液两次，将洗液亦并入第二分液漏斗中。将石油醚溶液移入已恒重的抽提器底瓶中，置水浴上回收石油醚。

再用 100 毫升石油醚洗涤第二次分液漏斗中的水溶液，然后用 1:2:1，水-丙酮-甲醇溶液再洗石油醚溶液两次，将所得石油醚并入抽提器底瓶中，以回收石油醚。

再将底瓶置水浴中蒸干以后，移入 105°C 烘箱中干燥至恒重。

测定结果按下式计算：

$$\text{液体树脂\% (对固形物)} = \frac{G_1 - G}{W \times 20} \times 100$$

$$\text{液体树脂克/升} = \frac{G_1 - G}{V} \times 1000$$

式中： G_1 ——抽提器底瓶及残渣重，克；

G ——空底瓶重，克；

W——5毫升稀释黑液试样中全固形物量，克；

V——相当原黑液试样体积，毫升。

黑液中硫酸盐皂含量计算：

设平均液体树脂分子量为290

$$\text{硫酸盐皂} = \frac{290 + 23 - 1}{290} \times \text{液体树脂}$$
$$\approx 1.08 \times \text{液体树脂}$$

式中：290——为假设的液体树脂的平均分子量；

23——钠的原子量

1——氢的原子量

注：抽提瓶中液体树脂量是100毫升稀释后黑液试样中的液体树脂。

15. 总硫量的测定：

吸取10毫升试样于有表面皿的200毫升烧杯中加入10毫升氧化锌氧化剂，放置10—15分钟作用完毕后，置电热板上加热，使样品氧化，至仅有沉淀残留物为止，冷却后，再缓缓加入15毫升硝酸，再缓缓加热，用表面皿盖好，蒸发至无棕色烟雾为度。如溶液色深用10毫升硝酸重复操作，至溶液在冷却后为淡黄色为度。冷却加浓HCl 10毫升，温和地煮沸5分钟，再次冷却，加入100毫升蒸馏水过滤洗涤至滤液为300毫升左右为度。置400毫升烧杯中，加浓氨水中和，然后加1毫升浓HCl在稍低于沸点温度下加热之，并慢慢加入10毫升10% BaCl₂煮沸10分钟，静置3小时以上，用无灰滤纸过滤，用热水洗至无氯根为度，将滤纸置于已恒重的坩埚内，在100—105C°烘箱内烘干，移入高温炉在800C°灼烧至恒重。

$$\text{总硫量克/升} = \frac{\text{坩埚增重(克)} \times 0.1373}{\text{试样毫升数}} \times 1000$$

注：0.1373是硫酸钡换算为硫的换算系数。

氯水中有效氯含量的测定

本方法是氯与碘化钾反应而游离出碘，以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠溶液滴定之。

一、取样及处理

用洁净带塞锥形瓶取具有代表性试液备用。

二、试剂及溶液

0.1N 硫代硫酸钠标准溶液；

10% 碘化钾溶液；

20% 醋酸溶液；

0.5% 淀粉指示剂。

三、测定方法及结果计算

注入200毫升蒸馏水，10毫升10% KI 及10毫升20% 醋酸于锥形瓶中，然后吸取10毫升氯水注入（注入氯水时吸管尖端应稍稍插入液面下），析出的碘用0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴至淡黄色时，加入淀粉指示剂，继续滴至蓝色消失。

有效氯 (Cl_2) 克/升 (X) 按下式计算：

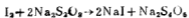
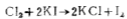
$$X = \frac{V \times N \times 0.0355}{10} \times 1000 = V \times N \times 3.55$$

式中：V——滴定耗用0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 体积，毫升；

N—— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液当量浓度；

0.0355——与 1 毫升 1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 相当的氯量，克。

反应方程式：



漂液中有效氯含量的测定

漂液中有效氯含量的测定一是用亚砷酸钠标准溶液直接滴定以碘淀粉试纸作外指示剂。一是用碘化钾加入漂液中游离出碘，再用硫代硫酸钠标准溶液滴定之。

一、取样及处理

在漂液池中取样时，弃去表面层，用漂液冲洗取样瓶2~3次，再取漂液作测定用。

二、测定方法及结果计算

1. 亚砷酸钠法：

(1) 试剂及溶液

0.1N 亚砷酸钠标准溶液

淀粉碘化钾试纸。

淀粉碘化钾指示剂

(2) 测定手续：

吸取漂液5毫升于250毫升锥形瓶中，加水稀释至约50毫升，用0.1N亚砷酸钠标准溶液滴定，并不时以玻棒沾出一滴于碘化钾淀粉试纸试之，至呈微弱蓝色时，加入数滴淀粉碘化钾指示剂，继续滴定至蓝色消失。

有效氯 (Cl_2) 克/升 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{V_1 \times N_1 \times 0.0355 \times 1000}{V}$$

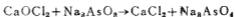
式中： V_1 ——滴定用0.1N亚砷酸钠溶液体积，毫升；

N_1 ——亚砷酸钠标准溶液当量浓度；

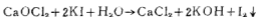
0.0355——与1毫升1 N亚砷酸钠相当的有效氯量，克；

V ——试样体积，毫升。

反应方程式：



与试纸反应



遇淀粉变蓝

2. 碘量法：

(1) 试剂及溶液

0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液

10% 碘化钾溶液

20% 醋酸溶液

淀粉指示剂

(2) 测定手续

吸取5毫升漂液于250毫升锥形瓶中，加水稀释至约50毫升，加入10毫升10%碘化钾溶液及20毫升20%醋酸溶液。用0.1N硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色，再加入5毫升淀粉指示剂，继续用0.1N硫代硫酸钠标准溶液滴定至蓝色消失。

有效氯 (Cl_2) 克/升 (X) 按下式计算

$$X = \frac{V_1 \times N_1 \times 0.0355 \times 1000}{V}$$

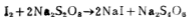
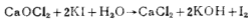
式中： V_1 ——滴定用硫代硫酸钠标准溶液体积，毫升；

N_1 ——硫代硫酸钠标准溶液当量浓度；

0.0355——与 1 毫升 1 N 硫代硫酸钠相当的有效
氯量，克；

V——试样体积，毫升。

反应方程式：



漂白残氯含量的测定

漂白残氯含量的测定，一是用亚砷酸钠直接滴定漂后残余有效氯量。一是用碘量法间接测定漂后残余的有效氯量。

一、取样及处理

在漂白过程中或漂白终了时，从总浆量中取具有代表性浆样两份。一份供测定浓度用，另一份用布氏漏斗铺白布压滤，将滤液搜集于洁净带塞的锥形瓶中备用，应弃去最初滤液。

二、测定方法及结果计算

1. 亚砷酸钠法：

(1) 试剂及溶液

见前漂液的有效氯测定

(2) 测定手续

吸取上项滤液50毫升于250毫升锥形瓶中其余手续仍与漂液中有有效氯含量的测定（亚砷酸钠法）同。

漂后残氯克/升(X)按下式计算：

$$X = \frac{V_1 \times N_1 \times 0.0355 \times 1000}{V}$$

或有效氯含量%（对绝干浆）

$$= \frac{V_1 \times N_1 \times 2 \times 0.0355 \times (100\% - \text{浆浓}\%)}{100 \times \text{浆浓}\%} \times 100$$

式中： V_1 ——滴定耗用0.1N亚砷酸钠溶液体积，毫升；

N_1 ——亚砷酸钠标准溶液当量浓度；

0.0355——与1毫升1N亚砷酸钠相当的有效氯量，克；

2. 碘量法：

吸取50毫升滤液于250毫升锥形瓶中，加入10毫升10%碘化钾溶液及20毫升20%醋酸溶液。其余手续与漂液中有效氯的测定（碘量法）同。

残氯克/升（X）按下式计算：

$$X = \frac{V_1 \times N_1 \times 0.0355 \times 1000}{V}$$

或有效氯含量%（对绝干浆）=

$$\frac{V_1 \times N_1 \times 2 \times 0.0355 (100\% - \text{浆浓度}\%) }{100 \times \text{浆浓度}\%} \times 100$$

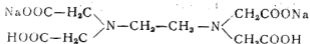
式中： V_1 ——滴定用硫代硫酸钠溶液体积，毫升；

N_1 ——硫代硫酸钠标准溶液当量浓度；

漂后洗净度的测定

本方法基于 EDTA 能与洗涤水中钙镁等离子形成稳定的络合物。钙镁离子也能与指示剂生成络合物，但它不如与 EDTA 所生成的络合物稳定，当滴定达等当点时，其与指示剂形成络合物的钙镁离子被 EDTA 取代，而显出游离指示剂的颜色。

EDTA 的分子式 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ 、分子量 = 372.252。它是乙二胺四醋酸的二钠盐，它的结构式如下（其阴离子以 H_2T 代表）：



一、取样及处理

取具有代表性的洗涤水盛于洁净锥形瓶中备用，最初进入瓶中溶液洗瓶后弃去。

二、试剂及溶液

0.02N EDTA 标准溶液；

氨——氯化铵缓冲溶液；

0.5% 络黑 T 指示剂。

三、测定方法及结果计算

吸取试样 10 毫升于锥形瓶中，加蒸馏水 90 毫升，加 10 毫

漂液中过氧化物及碱度含量的测定

本方法是用高锰酸钾和硫酸分别测定漂液中的活性度及保存时的稳定性。

一、取样及处理

取具有代表性的漂液于洁净的带塞瓶中备用，最初进入瓶中漂液洗瓶后倒回原池中。重新取样供分析用。

二、试剂及溶液

- 0.1N H_2SO_4 标准溶液；
- 0.1N $KMnO_4$ 标准溶液；
- 20% H_2SO_4 溶液；
- 0.04% 酚红指示剂。

三、测定方法及结果计算

1. 漂液碱度的测定：

吸取试液 5 毫升于锥形瓶中，用蒸馏水稀释至100毫升，加 3 ~ 4 滴酚红指示剂，用0.1N H_2SO_4 溶液滴定，至呈黄色。

碱度（以NaOH计）克/升（X）按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.04}{5} \times 1000 = V \times N \times 8$$

式中：V——滴定耗用0.1N H_2SO_4 溶液体积，毫升；

N—— H_2SO_4 溶液当量浓度；

0.04——与1毫升1N H_2SO_4 相当的NaOH量，克。

2. 漂液中过氧化物含量的测定：

吸取漂液5毫升于盛有20毫升20% H_2SO_4 溶液的锥形瓶中，然后用0.1N KMnO_4 溶液滴定至呈微红色。

过氧化物（以 Na_2O_2 或 H_2O_2 计）克/升（X）按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.039 \text{ (或 } 0.017)}{5} \times 1000 = V \times N \times 7.8$$

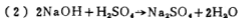
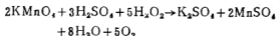
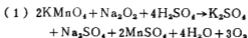
式中：V——滴定耗用0.1N KMnO_4 体积，毫升；

N—— KMnO_4 溶液当量浓度；

0.039——与1毫升1N KMnO_4 相当的 Na_2O_2 量，克；

0.017——与1毫升1N KMnO_4 相当的 H_2O_2 量，克。

反应方程式：



漂后残余过氧化物及碱度含量的测定

本方法是以过锰酸钾及硫酸测定漂后残液中的过氧化物及碱度含量。

一、取样及处理

从总浆量中取具有代表性的浆样两份，一份用以测定浓度，另一份用布氏漏斗铺白布压滤，将滤液搜集于洁净的带塞锥形瓶中备用。最初进入瓶中滤液洗瓶后弃去。

二、试剂及溶液

0.1N H_2SO_4 标准溶液；

0.1N $Na_2S_2O_8$ 标准溶液；

20% H_2SO_4 溶液；

10% KI溶液；

钼酸铵饱和溶液；

0.04% 酚红指示剂

0.5% 淀粉指示剂

三、测定方法及结果计算

1. 残余碱度测定：

吸取滤液25毫升于锥形瓶中，加入3滴酚红指示剂，用0.1N H_2SO_4 滴定至红色变成草黄色。

残余碱度（以NaOH计）克/升（X）按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.04}{25} \times 1000 = V \times N \times 1.6$$

式中：V——滴定耗用0.1N H₂SO₄体积，毫升；

N——H₂SO₄溶液当量浓度；

0.04——与1毫升1N H₂SO₄相当的NaOH量，克。

2. 残余过氧化物测定：

按上述方法测定过碱度的溶液中，加入20毫升20% H₂SO₄，5毫升10%碘化钾液和3滴新配的钼酸铵饱和溶液。用0.1N Na₂S₂O₈溶液，滴至淡黄色时，加入淀粉指示剂，继续滴至蓝色消失。

残留过氧化物（以Na₂O₂或H₂O₂计）克/升（X）按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.039(\text{或}0.017)}{25} \times 1000$$

或(对绝干纸浆)% =

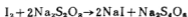
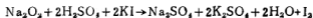
$$\frac{V \times N \times 4 \times 0.039(100\% - \text{浓度}\%)}{100 \times \text{浆浓度}\%} \times 100$$

式中：V——滴定耗用0.1N Na₂S₂O₈体积，毫升；

N——Na₂S₂O₈溶液当量浓度；

0.039(或0.017)——与1毫升1N Na₂S₂O₈相当的Na₂O₂(或H₂O₂)量，克。

反应方程式：



R-2 法制备二氧化氯及二氧化 氯漂白的过程测定

一、R-2 液的分析

R-2 液的成分约为 3M 的 NaCl 和 3M NaClO₂。

(一) 取样及处理

吸取充分混和的 R-2 液 10ml 放在 1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇荡充分混合均匀。

(二) 测定方法及结果计算：

1. NaClO₂ 的测定：

(1) 试剂及溶液：

0.1N 硫酸亚铁铵标准溶液。

0.1N 高锰酸钾标准溶液。

(2) 测定手续：

吸取稀释液 20ml 置于 250ml 三角瓶中，加入 0.1N 硫酸亚铁铵 50ml，盖以表皿，在电热板上煮沸 7 分钟取下，在流水下迅速冷却，用 0.1N 高锰酸钾滴定至现红色即为终点。同样手续作一空白试验。

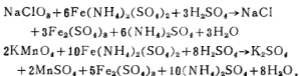
NaClO₂ (克/升) 含量按下式计算：

$$\text{NaClO}_2 \text{ 克/升} = \frac{(V_1 - V_2)N \times 0.0177}{10 \times \frac{20}{1000}} \times 1000$$

式中：V₁——空白滴定所消耗的高锰酸钾体积，毫升；
 V₂——滴定试样所消耗的高锰酸钾体积，毫升。
 N——高锰酸钾标准溶液当量浓度。

0.0177——与1ml 1N高锰酸钾相当的NaClO₃量克。

反应方程式：



2. NaCl的测定：

(1) 试剂及溶液：

0.1N AgNO₃标准溶液；

0.1N NH₄SCN标准溶液；

10%硫酸高铁溶液。

(2) 测定手续：

吸取上述稀释液20ml，加20ml 0.1N AgNO₃，充分混合加10ml10%硫酸高铁铵液用0.1N NH₄SCN滴至红色即为终点。

NaCl (克/升) 含量按下式计算：

$$\text{NaCl (克/升)} = \frac{(NV - N_1V_1) \times 0.05846}{10 \times \frac{20}{1000}} \times 1000$$

式中：N——硝酸银标准溶液的当量浓度；

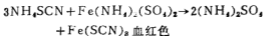
V——加入试样中硝酸银的体积，ml；

N₁——滴定用硫氰化铵的当量浓度；

V₁——滴定试样所耗硫氰化铵的体积，ml；

0.05846——与1ml 1N硫氰化铵相当的 NaCl 量
克。

反应方程式：



二、反应液的分析

(一) 取样及处理

吸取反应液 10ml 置于 100ml 容量瓶中，稀释至刻度，充分摇匀后待用之。

(二) 测定方法及结果计算

1. 二氧化氯的测定：

(1) 试剂及溶液：

0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液；

10% KI 溶液；

(2) 测定手续：

吸取上项稀释液 10ml 置于预先盛有 10ml KI 的 250ml 三角瓶中，析出的碘用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 滴定至无色为止。将此滴定液留作测定酸度用。

ClO_2 (克/升) 按下式计算：

$$\text{ClO}_2 \text{ 克/升} = \frac{V \times N \times 0.0169}{10 \times \frac{10}{100}} \times 1000$$

V——滴定所耗 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 体积，毫升。

N—— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 的当量浓度。

0.0169——与1ml 1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 相当的 ClO_2 量，克。

2. 酸度的测定：

(1) 试剂及溶液：

0.5N NaOH标准溶液；

0.1%甲基橙指示剂。

(2) 测定手续：

将上项用0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 滴定过后的溶液中加入数滴甲基橙指示剂，用0.5N NaOH标准溶液滴定至呈橙黄色时为止。

酸度（以 H_2SO_4 计）克/升按下式计算：

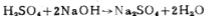
$$\text{H}_2\text{SO}_4(\text{克/升}) = \frac{N \times V \times 0.049}{10 \times \frac{10}{100}} \times 1000$$

式中：N——NaOH溶液的当量浓度；

V——滴定所耗NaOH的体积，毫升。

0.049——与1毫升1N NaOH相当的 H_2SO_4 量，克。

反应方程式：



3. NaClO_2 ——的测定：

(1) 试剂及溶液：

0.1N硫酸亚铁铵标准溶液。

0.1N高锰酸钾标准溶液。

(2) 测定手续：

吸取稀释液10ml置于250ml三角瓶中加入硫酸亚铁铵液

25ml, 盖以表皿在电热板上煮沸 5 分钟在流水下冷却用 0.1 N KMnO_4 滴定至现红色即为终点, 同样手续作一空白试验。

NaClO_3 (克/升) 含量按下式计算:

$$\text{NaClO}_3 \text{ 克/升} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 0.0177}{10 \times \frac{10}{100}} \times 1000$$

式中: V_1 ——滴定空白所耗高锰酸钾的体积, 毫升;

V_2 ——滴定试样所耗高锰酸钾的体积, 毫升;

N ——高锰酸钾的当量浓度;

0.0177——与 1ml 1N KMnO_4 相当的 NaClO_3 量, 克。

4. NaCl 的测定:

(1) 试剂及溶液

0.1N AgNO_3 标准溶液;

0.1N NH_4SCN 标准溶液;

10% 硫酸高铁铵。

(2) 测定手续:

吸取稀释液 10ml 置于 250ml 三角瓶中, 加入 0.1N AgNO_3 10ml, 充分混合加入 10ml 10% 硫酸高铁铵用 0.1N NH_4SCN 滴至红色即为终点:

NaCl (克/升) 按下式计算:

$$\text{NaCl 克/升} = \frac{(NV - N_1V_1) \times 0.05846}{10 \times \frac{10}{100}} \times 1000$$

式中: N ——硝酸银标准溶液当量浓度;

V ——加入硝酸银标准溶液的体积，毫升；

N₁ ——硫氰化铵标准溶液当量浓度；

V₁ ——硫氰化铵标准溶液的体积，毫升；

0.05846 ——与 1ml 1N 硝酸银相当的 NaCl 量，克。

三、尾气吸收液的分析

(一) 取样及处理

吸取吸收液 10ml 置于 100ml 容量瓶中，稀释至刻度，充分摇匀备用。

(二) 测定方法及结果计算

1. 次氯酸盐中有效氯的测定：

(1) 试剂及溶液：

0.1N 亚砷酸钠标准溶液；

淀粉碘化钾试纸。

(2) 测定手续：

吸取稀释液 10ml 置于 250ml 三角瓶中此液 pH 应控制在 12~13 左右，用 0.1N 亚砷酸钠标准溶液滴定至碘化钾淀粉试纸不显蓝色即为终点。

有效氯 (克/升) 按下式计算：

$$\text{有效氯(克/升)} = \frac{N \times V \times 0.0355}{10 \times \frac{10}{100}} \times 1000$$

式中：N ——亚砷酸钠标准溶液的当量浓度；

V ——滴定所耗亚砷酸钠标准溶液的体积，毫升；

0.0355 ——与 1ml 1N 亚砷酸钠相当的有效氯量，克。

2. 亚氯酸盐的测定:

(1) 试剂及溶液:

0.1N 硫代硫酸钠标准溶液;

10% 的碘化钾溶液;

4N 的硫酸溶液。

(2) 测定手续

吸取稀释液10ml置于250ml三角瓶中加入10%碘化钾溶液10ml, 4N H_2SO_4 15ml析出的碘用0.1N $Na_2S_2O_3$ 滴定至淡黄色时, 加入淀粉指示剂, 继续滴至蓝色消失。即为 $NaClO$ 和 $NaClO_2$ 的总量, 再减去次氯酸盐之量。

亚氯酸盐 (以 ClO_2 计) 克/升按下式计算:

$$\text{亚氯酸盐克/升} = \frac{(N_1 V_1 - NV) 0.0169}{10 \times \frac{10}{100}} \times 1000$$

式中: N_1 ——滴定所用 $Na_2S_2O_3$ 的当量浓度;

V_1 ——滴定所耗 $Na_2S_2O_3$ 的体积, ml;

N ——上项滴定所用亚砷酸钠的当量浓度;

V ——上项滴定所耗亚砷酸钠的体积, ml;

0.0169——与1ml 1N的 $Na_2S_2O_3$ 相当的 ClO_2 量, 克。

四、二氧化氯水溶液的分析

(一) 取样及处理

取具有代表性的试液于洁净带塞的锥形瓶中, 备作分析用。

(二) 测定方法及结果计算

(1) 试剂及溶液

0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液；

4N H_2SO_4 溶液；

10% KI 溶液；

0.5% 淀粉指示剂。

(2) 测定手续：

加入50ml蒸馏水，15ml 10% KI 溶液于250ml锥形瓶中，再用吸移管吸取5ml ClO_2 水溶液注入锥形瓶中，（在注入 ClO_2 水溶液时吸管尖插入液面下）以0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 滴定至黄色消失（耗用体积为V ml），然后加入5ml 20% H_2SO_4 溶液，继续用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 滴定至淡黄色时，加入淀粉指示剂，再滴定至蓝色消失即为终点（第二次耗用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 体积为 V_1 ml）。

ClO_2 （克/升）按下式计算：

$$\text{ClO}_2 \text{ 克/升} = \frac{V_1 \times N \times 0.0169}{5} \times 1000$$

$$\text{Cl}_2 \text{ 克/升} = \frac{\left(V - \frac{V_1}{4}\right) \times N \times 0.0355}{5} \times 1000$$

式中：V——中性滴定耗用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 体积，毫升；

V_1 ——酸性滴定耗用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 体积，毫升；

N—— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液的当量浓度；

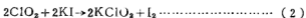
$\frac{67.46}{4000} = 0.0169$ ——与1ml 1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 相当的 ClO_2 量，

克；

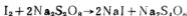
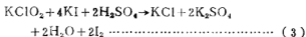
0.0355——与1ml 1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 相当的 Cl_2 量克。

反应方程式:

在中性或微碱性, pH在8附近, 按下式进行反应:



以后把滴定溶液变成酸性 (pH=3), 由(2)式生成的 KClO_2 又与 KI 进行如下反应:



五、漂白后剩余二氧化氯的测定

用二氧化氯溶液漂白后, 其溶液中含有 ClO_2 及 NaClO_2 。此法系在酸性溶液中, 用碘量法测定 ClO_2 及 NaClO_2 的总量, 其结果以 ClO_2 表示之。

(一) 取样及处理

从总浆量中取具有代表性的浆样两份, 一份用以测定浓度, 另一份用布氏漏斗铺白布压滤, 将滤液收集于洁净的得塞的锥形瓶中备用 (弃去最初的滤液)。

(二) 测定方法及结果计算

(1) 试剂及溶液:

0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液;

10% KI 溶液;

20% H_2SO_4 溶液;

(2) 测定手续:

吸取100ml试液于三角瓶中, 加入20ml H_2SO_4 酸化及20ml KI 溶液, 以淀粉为指示剂, 用0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定至

蓝色消失。

剩余 ClO_2 及 NaClO_2 总量（以 ClO_2 计）按下式计算：

$\text{ClO}_2\%$ （对绝干浆）

$$= \frac{V \times N \times 0.0135 \times (100\% - \text{浓度}\%) }{100 \times \text{浓度}\%} \times 100$$

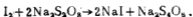
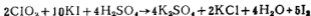
式中：V——滴定用去0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 体积，ml；

N—— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 标准溶液的当量浓度；

$$\frac{67.46}{5000} = 0.0135 \text{——与1ml 1N } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8 \text{相当的} \text{ClO}_2 \text{量,}$$

克。

反应方程式：



松香胶的分析

一、取样及处理

用清洁干燥之玻璃瓶，盛取熬胶间熬好之胶料。在分析前应将试样充分搅匀，如已分出水层则应将其微热并搅和至均匀，但在加热过程中，应防止水份散失。

二、测定方法及结果计算

1. 水份及挥发物

称取2克胶料涂于已知重量的玻璃片上在120~125°C烘箱中烘至恒重。

水份及挥发物% (X)按下式计算：

$$X = 100\% - \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

式中：G₂——已恒重的松香玻璃片重，克；

G₁——玻璃片重，克；

G ——试样重，克。

2. 游离松香

(1) 乙醚抽出法：

① 试剂及溶液

中性乙醇溶液

乙醚

0.1 N 盐酸标准溶液

② 测定手续

称取松香胶 5~10克于100毫升烧杯内，加蒸馏水 30 毫升溶解混合后放入分液漏斗中，再以少量水洗涤烧杯一并倒入分液漏斗中，加25毫升乙醚，充分振荡（如不分层可加少许中性酒精），将水液层放入第二分液漏斗，再以25毫升乙醚抽取，将乙醚抽出液合并于第一分液漏斗中，用25毫升蒸馏水洗涤乙醚抽出液二次把洗涤液并入前面的水溶液中，乙醚液倾入已知重量的 250毫升锥形瓶内，用25 毫升乙醚洗涤此分液漏斗，再用此乙醚第三次抽取水溶液，分离后保留水溶液，并以25毫升蒸馏水洗涤此三次乙醚溶液二次，再将此乙醚液并入锥形瓶中，将乙醚蒸馏收回后，锥形瓶放在 105°C 烘箱内烘至恒重。

$$\text{游离松香}\% = \frac{\text{锥形瓶增加之重量}}{\text{试料重}} \times 100$$

(2) 快速法：(容量法)

本方法适用于白色松香胶及高游离松香胶

① 试剂及溶液

中性乙醇

0.1N NaOH 标准溶液

1% 酚酞指示剂

② 测定方法及结果计算

称取 1~2 克胶料于 200毫升烧杯中，加入 50 毫升中性乙醇微热使其溶解，加入 1~2 滴酚酞指示剂，用 0.1N NaOH 标准溶液滴定至恰现红色。

游离松香% (X) 按下式计算

$$X = \frac{V \times N \times \frac{56.1}{\text{酸价}}}{G} \times 100$$

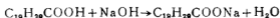
式中：V——滴定耗用0.1N NaOH 标准溶液体积，毫升

N——NaOH 标准溶液当量浓度

G——试样重，克；

56.1——氢氧化钾的克当量。

反应方程式：



3. 松香总量

(1) 乙醚抽出法

① 试剂及溶液

盐酸 比重1.19

乙醚

② 测定手续

称取3~4克胶料，移入250毫升分液漏斗中，加入水100毫升，盐酸2毫升，及乙醚25毫升。往复振荡以抽出其中松脂酸。静置，待分层后，将下层水移入另一分液漏斗中。用水漂洗乙醚抽出液三次，每次水量25毫升。所有洗液皆合并于另一分液漏斗中。再把乙醚抽出液放入已知重量的锥形瓶中，并用新的乙醚洗涤分液漏斗，并将这部份洗涤乙醚移入盛有水溶液的分液漏斗中，再加入25毫升乙醚，振荡后弃去下层水溶液，再用水洗涤乙醚抽出液二次，每次水量25毫升。将洗净后的乙醚抽出液合并于上述锥形瓶中。回收乙醚，最后将锥形瓶置水浴上蒸去乙醚后，移入105°C烘箱中烘至恒重。

松香总量% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

式中： G_2 ——烘干后锥形瓶及残渣重，克；
 G_1 ——空锥形瓶重，克；
 G ——试样重，克。

(2) 快速法

本方法适用于白色松香胶及高游离松香胶。

① 试剂及溶液

1 N 盐酸溶液

② 测定手续

称取 1~2 克胶料于 200 毫升烧杯中，加 50 毫升水加热乳化，使其冷却至室温后，加 5 毫升 1 N HCl 溶液，并不断搅拌之，加热，使析出的松香颗粒凝集成结实的块状（此时溶液必须清彻），将块胶团取出用手压平，水洗 1~2 次，用吸水纸擦干后，放入已知重量的称量瓶中于 120~125°C 烘至恒重。

松香总量% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

式中： G_2 ——松香及称量瓶重，克；
 G_1 ——称量瓶重，克；
 G ——试样重，克。

附注：亦可采用经吸水纸擦干后称重，找出其与恒重间的系数换算之。

4. 游离碱

(1) 试剂及溶液

无水乙醇

0.1 N 盐酸标准溶液

0.1% 甲基橙指示剂

(2) 测定手续

称取 5~6 克胶料于 250 毫升烧杯中，以 100 毫升无水乙醇溶解之，然后放置过夜（避免酸烟及潮气影响）或 8—10 小时，用干滤纸过滤，并用无水乙醇洗涤残渣至无松香胶，弃去滤液及洗液。用煮沸的水 100 毫升分次洗滤纸，洗涤出的碱液用 250 毫升的锥形瓶搜集之，冷却后，加入 1~2 滴甲基橙指示剂，用 0.1 N 盐酸标准溶液滴定至恰现红色。

游离碱（以 Na_2CO_3 计）% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.053}{G} \times 100$$

式中：V——滴定耗用 0.1 N 盐酸标准溶液 体积，毫升；

N——盐酸标准溶液当量浓度

G——试样重，克；

0.053——1 毫升 1 N HCl 标准溶液相当的 Na_2CO_3 量，克。

5. 化合松香：

由松香总量中减去游离松香量即得化合松香。

注：松香胶的种类参考。

① 白色松香胶（游离松香 25—45%）

② 热法或冷法制的褐色松香胶

③ 松香石腊胶（石腊 20%）

④ 高游离松香胶（游离松香 80—90%）

⑤ 高游离松香石腊胶（石腊 40%）

⑥ 胶膏（游离松香 100%）

松香胶乳液的分析

一、取样及处理

1. 松香胶乳液易沉淀，故取样时应先将其充分搅拌均匀，使沉淀物能均匀分布于溶液中。然后取具有代表性的试样于锥形瓶中备用。

二、仪器、器皿及试剂

50毫升容量瓶；

瓷蒸发皿；

10、25、及100毫升吸移管；

高温炉。

1NHCl溶液

0.1NHCl标准溶液；

0.1%甲基橙指示剂

三、测定方法及结果计算

2. 比重：

用吸管吸取在 $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的试样于已知重的 50 毫升的容量瓶中至其刻度，称重（准确至 0.1 克）。以量瓶的容积除试样重量，即得乳液比重（D）。

3. 总固体物：

吸取25毫升试样于已知重量的瓷蒸发皿中，置沸水浴上蒸发干，再置入120~125°C的烘箱中烘至恒重。

总固体物% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G_2 - G_1}{25 \times D} \times 100$$

式中：G₂——固体胶料及瓷蒸发皿重，克；

G₁——瓷蒸发皿重，克；

D ——胶料乳液比重。

4. 总松香量：

吸取100毫升试样于250毫升烧杯中，加入5毫升1N HCl溶液，用玻棒搅拌之。加热，使析出的松香颗粒凝聚，继续加热至凝成结实的块，取出用手压成块状，水洗1~2次，用吸水纸擦干，放入已知重量的称瓶中，在120~125°C烘干至恒重。

总松香% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G_2 - G_1}{100 \times D} \times 100 = \frac{G_2 - G_1}{D}$$

式中：G₂——总松香和称瓶重，克；

G₁——称瓶重，克；

D ——胶料乳液比重。

注：用吸水纸擦干后称重，然后与烘至绝干重间找出换算系数，作为生产控制参考用。

5. 游离松香：吸取10毫升乳液，照前松香胶的游离松香法进行测定。

6. 灰份及总碱量：

将已测定总固体物的残渣先于低温灼烧至挥发物逸去，

再升高温度至红热，仔细灼烧至无黑色碳素为止。在干燥器内冷却称重，即为灰份重。

加水于已测定灰份后的残渣中，加热至残渣溶解。移入250毫升烧杯中，冷后，加入1~2滴甲基橙指示剂，用0.1N HCl标准溶液滴定至恰现红色。

总碱量（以 Na_2CO_3 计）% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.053}{25 \times D} \times 100$$

式中：V——滴定耗用0.1N HCl体积，毫升；

N——HCl溶液当量浓度；

D——试样比重；

0.053——与1毫升1N HCl相当的 Na_2CO_3 量，克。

7. 松香胶颗粒大小：

在干净的载玻片上，以清洁的玻璃棒沾一小滴乳液，轻轻盖上盖玻片（勿使有空气泡存在），在800~1000倍显微镜下观察。一般松香胶颗粒大小要求在 2μ 以下， 4μ 以上之颗粒仅含少量。

硬脂酸胶的分析

一、取样方法

熬好胶后在熬胶桶出口处取样，约取200克试样。

二、仪器和药品

乙醚

250毫升分液漏斗

显微镜，载玻片，盖玻片

三、测定方法及结果计算

1. 硬脂酸胶的颗粒测定：

取样少许用5倍加热至50~60°C的蒸馏水稀释搅匀后取稀释的乳液一滴，放在载玻片上用盖玻片盖好，在显微镜下观察粒子的大小。

2. 游离硬脂酸测定：

参照松香胶中游离松香的分析方法。（乙醚抽提法）

纸浆水份的测定

本方法是纸浆经干燥后所失去的重量，与原纸浆试样重量之百分比。测定纸浆浓度，以及测定卡伯值，锰值的水份均可采用此方法。

一、取样及处理

取具有代表性的纸浆试样，用挤压法或离心法以除去大量水份。然后用手拧干，撕成小块，备测定用。测卡伯值，锰值水份的浆样制备，参照卡伯值，锰值测定制备试样。

二、仪器及器皿

天秤（感量0.001克）

恒温烘箱。

或红外线辐射灯泡 220 伏 250 瓦两个。

称量瓶，高 2.5 厘米，直径 8 厘米，玻璃或铝制。

三、测定方法及结果计算

称取相当于 2 ~ 3 克（准确重 0.001 克）绝干浆的试样于已知重量的称量瓶中，置于 120° ~ 125°C 的烘箱中干燥至恒重。或将称量瓶置于红外线灯泡下的托架上，称瓶与灯泡相距约 7 ~ 8 厘米，干燥约 30 分钟即达恒重。在烘干过程中注意每隔几分钟翻动一次。若取相当 5 克绝干浆的试样，最好用 80 目铜丝网做成 100mm × 100mm 方盒盛浆样，待干燥

后再移入称量瓶中冷却称量。第一次干燥30分钟，以后每次干燥3~5分钟即可。

水份% (X) 按下式计算

$$X = 100\% - \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

式中：G₂——称瓶同绝干浆样重，克；

G₁——空称瓶重，克；

G——纸浆试样重，克。

注：注意事项参照原料水份的测定。

纸浆浓度的测定

浓度系指一定重量（或体积）纤维悬浮液中，绝干纤维的百分含量。可用干燥法、压滤或离心脱水等方法测定之。

一、取样及处理

用固定量杯量取具有代表性湿浆试样两份备用。若从漂浆机或打浆机中取样，可在中墙距浆下20厘米处。

二、仪器及器皿

电烘箱

红外线辐射灯泡220伏的250瓦2个

天 秤 500克、100克各一台

称样盒 二个（铝盒，玻璃称瓶，纸盒等均可。）

三、测定方法及结果计算

1. 干燥法

称取湿浆试样200~300克（约相当10克绝干浆）倾入白布袋中，用手拧干，然后将浆取出，撕成小块，并将粘附在袋上浆收净。置于已称重的样盒中，在120~125°C烘箱中或红外线灯泡下干燥至恒重（称量准确至0.1克）

浓度% (X) 按下式计算

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中：G——试样重、克。

G_1 ——样盒加绝干试样重、克。

G_2 ——样盒重、克。

两次平行测定计算值间误差不应超过0.2%。

2. 压滤法

称取湿浆试样200~300克（约相当于绝干浆10克）

用水稀释至一定体积（1.5~2%）搅匀后，倾入波夫高夫型重锤式测定器的圆筒内，徐徐放下活塞式压板，压板上绕有纱布，以吸收压榨时从圆筒壁与压板筛缝隙挤上来的水。在试样受到压板上重量为10公斤的压锤之压力时，立即开动秒表计时。控制加压时间为4~6分钟（加压时间应根据叩解情况，先试验求出，正式检查时间应固定一个时间）规定时间到达后，取下压锤将活塞式压板升起，取下粘在压板上的浆饼，置于天秤上称重。

浓度%（X）按下式计算

$$X = \frac{G_1 \times Y}{G} \times 100$$

式中：G——试样重、克

G_1 ——压后湿浆重、克

$$Y \text{ (千度系数)} = \frac{\text{湿浆烘至绝干重} \cdot \text{克}}{\text{压去水后湿浆重} \cdot \text{克}}$$

3. 离心脱水法：

称取湿浆样200~300克（约相当绝干浆10克）倒入离心机脱水杯中（内衬由80目铜丝网做成）开动电动机准时1分

钟，然后取出脱水后湿浆称重。

浓度% (X) 按下式计算

$$X = \frac{G_1 \times Y}{G} \times 100$$

式中：G₁、Y、G 与压滤法相同

4. 手拧干法：

取100~200克湿浆试样用布包好后，用手将其拧干直至没有水流出为止。拧干后浆料不必干燥而立即称其湿重。根据充分试验而得到拧干后纸浆含水份百分率来计算被测纸浆浓度。

浓度% (X) 按下式计算

$$X = \frac{G_1 \times Y}{G} \times 100$$

式中：G —— 试样重、克

G₁ —— 拧干后纸浆湿重、克

Y —— 干度系数。

注：2、3法的干度系数“Y”应由各厂根据原料品种，仪器设备条件，操作条件及打浆程度的不同，而进行多次试验求出相互关系，然后列出常数表供查。

纸浆打浆度的测定

打浆度系指纤维在水中经打浆后，所能达到的膨润带化程度。

一、仪器的安装及校对

1. 测定纸浆打浆度的标准仪器，规定为肖伯尔氏打浆度测定仪。仪器的结构应符合标准规范。

2. 仪器应安置在牢固不易晃动的工作台上，安放时应将仪器调整至水平（仪器水平与否对测量的数值影响很大，必须重视）。

3. 仪器校对方法如下：

（1）铜网的目数，用放大镜测定，按照肖伯尔氏打浆度测定仪的规定，标准铜网经线线径0.16mm，纬线线径0.17mm，经线32条/cm，纬线24条/cm，网厚0.4mm，网目82目。

注：目前国内无这样规格铜网，可采用80目的。

（2）由直管流出的水量：

用橡皮塞将直管孔堵住，注入1/2立升20±1°C蒸馏水于分离室（即漏斗部份）水即由斜管流出，流完后，将橡皮塞取下，同时放一量筒在直管下面，使水流到量筒内，测量其容积，应为7.5—8毫升，在此范围内即合用。

（3）由直管流水时间：

将斜管下口堵住，倒入一部份水于分离室内，使斜管内装满水，水由直管流完后，用手指将直管口堵住，倒入1立升 $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 蒸馏水于分离室内然后放松手指，水即由直管流出，同时用秒表记水由直管流出时间。

按规定流出时间为 148 ± 2 秒，如在此范围即合用，如不在此范围则对小孔进行调整工作。

(4) 检查严密程度：

锥形阀压下后，放入1000毫升水，放置一分钟后，没有水流出证明锥形阀严密程度合标准。

(5) 检查提降装置灵敏度：

在锥形阀升起或降下时，没有卡住或停滞，升降约需1秒或小于1秒的时间，即说明该装置可以使用。若不适合可调节绳子的长度。

二、取样及处理

1. 已知浓度的浆料，用固定量杯取浆料，此量杯的容积根据浆料浓度不同而异，即一满杯浆料约为2克，其满出边上的纸浆用一玻棒沿上面将其括去，杯中不能有空气泡存在，否则浆量不准。

2. 当纸浆浓度不知道时，则按纸浆浓度方法测定其浓度。

三、测定方法及结果计算

将带铜网的圆筒浸湿放置在分离器上，旋转绳轮放下密封圆锥体直至闭合在停止处。

取相当于绝干纸浆恰为2克的湿浆试样，置于1000毫升

的刻度瓷杯中注入少量水，将其充分搅散，再加水稀释至1000毫升，使湿浆温度为 $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，充分搅匀后，立即倾入仪器圆筒中，按动手柄，则密封圆锥体自动提起，水即由斜管流入量筒中。当斜管流出口不流水时，记下接斜管量筒体积为V。

打浆度 $^{\circ}\text{SR}$ 按下式计算

$$\text{打浆度 } ^{\circ}\text{SR} = \frac{1000 - V}{10}$$

式中：V——斜管量筒中水的毫升数。

10——规定以直管流出的水量表示打浆度，每流出10毫升水为 1°SR 。

注意事项：

1. 测定前应检查网子有无锈斑，有无破损或凹凸不平现象，如有，应立即更换。

2. 仪器内壁不可沾染油污，应定期用稀NaOH溶液冲洗内壁，最后用水冲洗干净，以防碱腐蚀。

3. 分离器底部的流出口是仪器的重要部分，需注意保护，勿使污物堵塞小孔。

4. 流出口若有污物堵塞，不可用硬签去通，只可用软木签轻轻将污物通出，主要小孔清洁的方法是用航空汽油清洗。

5. 当不使用仪器时，要保持仪器内壁干燥，干燥前需清洗干净。

纸浆水化度的测定

本方法是测定纸浆在煮沸前后打浆度之差以表示纸浆打浆后膨润水化的程度。

一、取样及处理

在混匀的浆料中取具有代表性的浆料试样

二、仪器及器皿

肖伯尔氏打浆度测定仪

1000毫升量筒

1000毫升瓷盅或铝杯

温度计 110°C

台式天秤或象限称

三、测定方法及结果计算

1. 测定浆料的打浆度

称取相当恰为 2 克绝干纸浆的浆料，置于 1000 毫升瓷盅内，加少量水充分搅散后，加水稀释至 1000 毫升，调整温度 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ ，混匀后按照打浆度的测定方法进行。

2. 称取相当于绝干纸浆恰为 2 克的浆料，置于 1000 毫升瓷盅内，加少量水搅散后，再加水稀释至 500 毫升，加热至沸，待沸腾 5 分钟后，再加水稀释至 1000 毫升，使温度保持

50°C。然后按照打浆度测定方法测定其在 50°C 时的打浆度。

水化度按下式计算：

水化度 = 25°C 打浆度 - 50°C 打浆度

纸浆纤维长、宽度的测定（框架法）

本方法是将叩解后的纸浆稀释至0.2~0.3%浓度，测定经过框架保留在刀片上的纤维湿重，因纤维湿重与该纤维的平均长度有一定的变化关系，故利用挂浆湿重来间接测定纤维平均长度。

一、取样及处理

参照“纸浆打浆度测定”进行备样。

二、仪器、器皿

盛浆瓷盅二个

2000毫升钢盅一个

肖伯尔式叩解度仪

列依静式钩挂框架或伊凡诺夫式框架仪；

天秤感量0.2克

三、测定方法及结果计算

1. 框架测定法：

（1）伊凡诺夫式框架仪测定

称取具有代表性的纸浆试样，相当于绝干浆6克置于2000毫升钢盅内，加水少许充分地搅拌至无疙瘩和小块。然后稀释为2000毫升，将稀释混匀的纸浆液倾入伊凡诺夫式框架仪的漏斗中，立即轻轻放下框架于支轴上。然后立即打开

考克，让浆液流完后，立即将框架提出称重。提出框架时，切勿振动。

将框架上所挂之纤维放入钢盅浆液内，关闭考克，再倾倒浆液于仪器的漏斗中。同前重复测定挂浆湿重2~3次。求出其平均湿重，将平均挂浆湿重减去框架本身重量，即为纤维湿重，克。

将纤维湿重查表求出纤维平均长度（毫米）

（2）列依式钩挂框架仪测定

将框架置于叩解仪锥形体上，照测定打浆度一样进行取样和试验。但要注意将已调匀的纸浆液倾入叩解仪圆筒时，以对准距锥体4cm左右的锥体中心直柱，并使浆液由凹口倾入为宜，倾入时让浆液缓缓流下控制浆液从开始倾到倾完的时间为8秒钟。然后升起锥形体，待2分钟之后轻轻从锥形体取下框架称重。然后由已求得挂浆湿重减去框架本身重量即为纸浆纤维湿重、克。查对照表或通过换算找出纤维平均长度值。

注：①纤维湿重与原料、浆浓，纸浆性质及操作条件等都有关，故须由各厂自作实验，先找出两者的相互关系，划出曲线，以便查对。

②纤维湿重与纤维平均长度变化关系表的求法，即作一系列实验。将不同重量的纤维湿重分别用显微镜观察法测出纤维实际的平均长度，然后以纤维平均长度为纵座标，以纤维湿重为横座标，画出曲线图，从而找出两者变化的关系或者列成表格，即可供车间使用。

纤维筛分组成测定

本方法是以5克绝干浆，在H、S型筛分仪上，控制 $1\text{kg}/\text{cm}^2$ 水压连续冲洗10分钟后，残留在各筛目上的纤维绝干百分含量。

一、取样及处理

1. 未打浆的浆：

取约相当于50克绝干浆的湿浆，在小型湿浆离解器中离解3分钟。然后放入布袋中拧干至约30%的绝干度，撕细混匀后放入锥形瓶中塞紧，测定其水分。再称取相当5克绝干浆的湿浆（准确至0.01克）2份，分别置于500毫升带玻塞的广口瓶中，加少量水用玻璃球摇荡至分散。如为不易分散的浆，则可用乳钵先轻轻捣散），将分散之浆转于另一瓶中，用少量水冲洗瓶壁并分离玻璃球。

2. 已打浆的浆：

除不需要离解外，其余处理均同未打浆的浆。

二、仪器及器皿

H、S型筛分仪；

网目：为18目、40目、60目、80目、100目五个。

绸布；

分析天秤感量0.0002克。

三、测定方法及结果计算

3. 先全面检查仪器零件是否齐全、无弊。搅拌水管的孔眼是否堵塞，将一选好的网目，其网目之有环面，向下放在框内。

打开进水凡尔，一会儿后开动马达，准确控制其压力为 $1\text{kg}/\text{cm}^2$ 。并注意搅拌器转动方向，应为其流出水推动之方向。

4. 当水开始从外筒溢流时，立即将备好之试样倾入仪器中，开始记时，准确运转10分钟。时间到了，首先关闭进水凡尔，然后停止马达，并将筒底的出水孔打开。用附带喷头冲下，粘附在筒壁或搅拌器上的纤维，使之全部积于网上。待水滤干后将筛网卸下，细心收集留在网上的全部纤维，并用绸布拧干后撕散，置于已恒重之称瓶中，于 $120\sim 125^\circ\text{C}$ （或红外线灯）下干燥至恒重。然后将同样的浆用另一网目筛来进行另一样品试验。

筛上纤维量% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{R}{5} \times 100$$

R——残留在各网目上的绝干纤维重量（克）；

两份平行测定误差不应超过1%；

根据两筛目上纤维量百分含量之差，即可求得筛目间保留纤维%。

注：①用一标准压力表校对压力表；

②若漏水，调整凡尔，但凡尔不要拧得太紧。以免引起操作困难；

- ③ 搅拌及冲管要保持清洁，其孔口不得堵塞；
- ④ 联动轴要时常加油；
- ⑤ 倚轴的培林圈的顶开始漏的话，则其衬垫须调整，但不要调整太紧了，否则轴上的负荷会变重；
- ⑥ 浆样必须彻底分散，否则结果不准。

纸中填料留着率的测定

本方法是以纸样经高温灼烧后，求出纸中残留矿物量与加入浆中矿物量的百分比。

一、取样及处理

1. 纯纤维灰分取样：

取具有代表性未加填的纯纤维浆（不得混有填料）约100克两份，（每克绝干浆不少于3克）用洁净的布拧干，撕成小块，置于称量瓶中，在120~125°C烘至恒重，然后将干浆移于已灼烧恒重的磁坩埚中。

2. 加填后浆的灰分取样。

取具有代表性的加填后浆料两份，每份不少于绝干浆3克，分别倾入铺有已恒重之无灰滤纸的布氏漏斗中过滤，用水冲洗盛浆器及漏斗上粘附浆料。抽吸干后，取出，带滤纸一起撕成小块（注意勿损失滤纸上之填料）。置于称量瓶中，在120~125°C烘至恒重。此绝干料重减去无灰滤纸重即得到加填后纸浆绝干重。将烘干浆（带滤纸）移于已灼烧至恒重的磁坩埚中。

3. 填料取样

从代表性的填料试样中称取2~3克，于已灼烧恒重的磁坩埚中。

4. 成纸灰份取样：

在纸机出烘缸部分截取代表性的全幅纸样约30克剪成小

块，置于广口瓶中，混匀后称取 2 ~ 3 克（另取试样测定水份）于已灼烧至恒重的磁坩锅中。

二、仪器及器皿

马福炉	烘箱
电炉	磁坩锅

三、测定方法及结果计算

5. 将已称好试样之坩锅小心灼烧，使之炭化。然后移入高温炉内，在 $775 \pm 25^\circ\text{C}$ 的温度下灼烧至灰渣中无黑色炭素，取出坩锅，在干燥器内冷却后称重。重复操作直至恒重。

灰分含量% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

灼烧损失% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{G_3 - G_4}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——空坩锅重、克；

G ——绝干试样重、克；

G_2 ——坩锅 + 灰分重、克；

G_3 ——坩锅 + 绝干填料重、克；

G_4 ——坩锅 + 灼烧后填料重、克；

填料留着率% (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{HB}{HM} = \frac{(B - A) \times (100 - D - C)}{(100 - B - C) \times (D - A)} \times 100$$

$$HB \text{ (成纸中填料含量)\%} = \frac{B-A}{100-B-C} \times 100$$

$$HM \text{ (纸浆中填料含量)\%} = \frac{D-A}{100-D-C} \times 100$$

式中：A——纯纤维浆灰分含量%

B——成纸灰分含量%

C——填料灼烧损失%

D——加填浆灰分含量%

填料的灼烧损失参考表：

填 料	灼 烧 损 失	填 料	灼 烧 损 失%
高 岭 土	12—14	石 膏(生的)	18—22
滑 石 粉	4—6	硫 酸 钡	0.2—0.5
滑 石 棉	4—6	二 氧 化 钛	0.2—0.5
白 垩	38—42	硫 化 锌	14—18

以高岭土的保留率为100%，其他填料与高岭土相比较的留着率见下表：

填料的比较留着率参考表

填 料	保 留 率 %	填 料	保 留 率 %
高 岭 土	100	硫 化 锌	76
滑 石 棉	166	白 垩	55
滑 石 粉	150	烧 石 膏	55
二 氧 化 钛	100	生 石 膏	55

白水中纤维和填料含量的测定

白水中含有纤维和填料，本方法是采用重量或中和法求出其中总量或其分别含量。

一、取样及处理

1. 在指定地点，每隔几分钟取定量的水盛于洁净玻璃瓶中，直至取满2立升以上为止。

2. 根据纸张配比，分别取不加填料的纯纤维浆，或取不加填料的混和浆，测定灰分。

3. 填料如为碳酸钙不必取样。如为滑石粉、白土等则取同生产条件的代表性试样。

二、仪器及器皿

瓷坩埚及蒸发皿

500、1000毫升量筒；

水浴锅；

马福炉；

无灰滤纸；

三、测定方法及结果计算

4. 灰化法；

(1) 纯纤维灰分及填料灼烧损失：参照填料保留率测定。

(2) 白水残渣灰分：量取1000毫升白水试样，静置澄清后过滤于铺有已干燥恒重的定量滤纸的布氏漏斗中，缓缓吸干后取出滤纸置于已灼烧恒重的瓷坩埚中，在120~125°C烘箱中干燥至恒重。减去滤纸重即为绝干白水残渣重。(G)。

然后将瓷坩埚在低温炭化后，转入马福炉内在775±25°C灼烧至灰分中无黑色炭素，移入干燥器中，冷却后称重。坩埚增加的重量即为白水残渣灰分重。(G₁)。

设：纯纤维浆灰分% (X)

填料灼烧损失% (X₁)

$$\text{白水残渣灰分}\% = \frac{G_1}{G} \times 100 = X_2$$

只测白水中纤维及填料总量按下式计算：

$$\text{白水浓度 (纤维+填料) 克/升} = \frac{G}{1000} \times 1000$$

若欲测定白水中纤维及填料分别量则按下列计算：

$$\text{白水中填料含量}\% = (X_2 - X) \times (100\% + X_1)$$

$$\begin{aligned} \text{白水中碳酸钙填料含量}\% &= (X_2 - X) \times \frac{100.09}{56.08} \\ &= (X_2 - X) \times 1.784 \end{aligned}$$

式中：

$$\frac{100.09}{56.08} \text{ 是由 CaO 换算为 CaCO}_3$$

白水中纤维含量% = 100% - 白水中填料含量%

5. 中和法：白水中填料为碳酸钙时亦可采用下方法：

称取1000克白水试样（同时称样测定浓度）置于烧杯中一边搅拌一边徐徐加入1:2盐酸溶液，中和至水中不再发生

气泡为止。用已知重量的 3 号玻璃滤器或滤纸过滤，若滤液浑浊，可以反复过滤至滤液清彻为止。用蒸馏水洗净杯壁附着的纤维并洗涤至无酸性反应为止。将玻璃滤器或滤纸在 120~125°C 干燥之。

白水中纤维% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{G_2 - G_1}{1000 \times \text{浓度}\%} \times 100$$

白水中碳酸钙含量% = 100% - X_1

式 中： G_2 ——绝干纤维重及空坩埚重、克；

G_1 ——空坩埚重、克；

纸机纤维流失的测定

(一) 纸机总沟白水纤维和填料流失及回水塔溢流白水纤维和填料流失的测定:

1. 取样方法和流量测定

在纸机总沟及回水塔溢流白水处安装矩形或三角形堰板或堰板箱, 利用堰流量测定法在堰口处测定水位高度, 计算其流量, 每1小时测定一次, 并用玻璃或搪瓷杯取样约150毫升, 取样前先用试液洗涤2~3次。

2. 流量计算

每班以几次测定的水位进行平均(以小时计), 由平均水位按下式计算流量呎³/秒(换算为立升/秒, 应乘28.32)。

(公式按TAPPI 1948版)

$$\text{矩形堰流量 (呎}^3/\text{秒)} = 3.33 (W - 0.2H) H^{1.5}$$

$$\text{三角堰流量 (呎}^3/\text{秒)} = 2.52 \times H^{2.47}$$

式中: W为堰板口宽(呎), H为水位高(呎)。

3. 浓度测定

以所取试样混合均匀, 精确取样500毫升, 用已知重量的蒸发皿在热空气浴中蒸干, 再放入120~125°C烘箱中烘至恒重, 称量蒸发皿所增加之重量乘2为每立升试液所含纤维和填料的总克数。

上述烘干称量后的试样，放入高温炉中灼烧至恒重，蒸发皿增加重量乘 2 为每立升中所含灰分的克数。

若加入填料为碳酸钙则测定纤维应采用盐酸处理溶去碳酸钙（必要时温热之），然后以已知重量的滤纸过滤，热蒸馏水洗至中性，移入 120~125°C 烘箱中烘至恒重，总浓度减去纤维浓度即为填料浓度。

4. 纤维填料流失计算公式如下

(1) 纸机每分钟平均纤维流失量

$$(\text{公斤/分}) = Q \cdot C \div 1000$$

(2) 纸机每分钟平均填料流失量

$$(\text{公斤/分}) = Q \cdot D \div 1000$$

(3) 纸机纤维投入量

$$(\text{公斤/分}) = p \cdot h(1 - W)(1 - y) + T$$

(4) 纸机填料投入量 (公斤/分) = $A \cdot \frac{N}{M}$

(5) 纸机纤维流失率 (%) = $\frac{T}{A} \times 100$

(6) 纸机填料流失率 (%) = $\frac{V}{B} \times 100$

式中：A——纸机纤维投入量 (公斤/分)

B——纸机填料投入量 (公斤/分)

C——白水纤维平均浓度 (克/立升)

D——白水填料平均浓度 (克/立升)

h——实际生产时间 (小时)

M——成浆机(或和浆机)纤维投入量 (公斤/分)

N——成浆机(或和浆机)填料投入量 (公斤/分)

- p ——纸机台时产量 (公斤/分)
 Q ——白水平均流量 (立升/分)
 T ——纤维总流失量 (公斤/分)
 V ——填料总流失量 (公斤/分)
 W ——毛纸平均水分 (%)
 y ——绝干填料含留率 (%)

绝干浆料中绝干填料 (%)

$$\frac{\text{浆料灰分} - \text{纤维灰分}}{100 - \text{填料烧失} - \text{纤维灰分}} \times 100$$

每吨纸中绝干填料 (公斤)

$$\begin{aligned}
 &= \frac{\text{成纸灰分} - \text{纤维灰分}}{100 - \text{填料烧失} - \text{纤维灰分}} \\
 &\quad \times (1 - \text{成纸水份} \%) \times 1000
 \end{aligned}$$

注：停车流失未包括在总流失内。

(二) 回水塔回收效率的测定：

1. 流量，浓度的测定：

在回水塔盛满时，在浆间完全不用回水的条件下，以溢流量测定进回水塔回水量，每隔 5~10 分测定一次水位，并在进口管处取样测定浓度，一般溢流损失和浓度按前法测定。

2. 计算方法：

$$\text{回水塔回收效率} \% = \frac{G - A}{G} \times 100$$

式中： G ——进回水塔平均流量 (立升/分) × 生产时间 (分) × 进回水塔纤维或填料浓度 (克/升)。

A ——回水塔平均溢流量 (立升/分) × 生产时间 (分) × 溢流纤维或填料浓度 (克/升)。

本法系采用民丰造纸厂“制浆造纸试验方法”。

打浆机容积的测定

本方法是以一定量的食盐溶于固定容积的水中，根据食盐纯度变化即可计算出固定容积的真实体积。

一、取 样 及 处 理

将打浆机洗净后，放入清水至经常使用的水位高度（若测定实际容积则把水放满），然后开动马达，经1~2分钟后用一细口玻璃瓶采取约500毫升清水作空白试验用。其次将准确称量并已溶解好的食盐水倒入打浆机内，继续运转10分钟以上，然后用另一玻璃瓶采取约500毫升试液（细口玻璃瓶，应先用打浆机中水冲洗几次）供分析食盐含量用。

二、仪 器 及 试 剂

500毫升细口玻璃瓶 2 个；

25, 50毫升吸管各一支；

1G3 玻璃过滤器或滤纸；

500毫升容量瓶；

250毫升烧杯；

0.1N AgNO_3 标准溶液；

5% 铬酸钾 (K_2CrO_4) 指示剂；

精制食盐 3 公斤左右（粗盐中不溶解物多，影响正确性）；

三、测定方法及结果计算

1. 吸取50毫升清水于烧杯中，加1毫升5%铬酸钾指示剂用0.1N AgNO_3 溶液滴至微红色。耗用量为 V 。

2. 同上法吸取50毫升试液滴定之，设耗用量为 V_1 。

3. 精确称取5克食盐试样于烧杯中，用蒸馏水溶解过滤，滤液盛入500毫升容量瓶中，用水洗涤烧杯及滤纸或1G3玻璃过滤器，至无氯根反映(用 AgNO_3 试之无白色沉淀发生为止)，洗涤液全部盛入容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后，吸取25毫升溶液于烧杯中，加入1毫升5%铬酸钾指示剂，用0.1 AgNO_3 溶液滴至微红色耗用量为 V_2 。

食盐(NaCl)纯度% (C)按下式计算：

$$C = \frac{V_2 \times N \times 0.05846}{G \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{V_2}{G} \times 11.69$$

打浆机容积，升(X)按下式计算：

$$X = \frac{G_1 \times C}{V_2 \times N \times \frac{58.46}{1000} \times \frac{1000}{50}}$$

式中： V_2 =($V_1 - V$)滴定耗用0.1N AgNO_3 体积，毫升

N—— AgNO_3 溶液当量浓度；

G——食盐试样重、克；

G_1 ——加入打浆机之食盐量，克；

注：①食盐必先用水溶解，水之用量不计，溶完后再徐徐加入打浆机中，不能直接加固体盐于浆机中，以免食盐浓度不均匀。

- ②滴定时必须反复滴定数次，至其误差在0.05毫升以下，滴加 AgNO_3 时不得过快。
- ③若测定其他容器之容积时，可根据容积之大小酌量增减食盐用量。
- ④将食盐水倒入打浆机后，搅拌时间至少在10分钟以上，如果搅拌不匀，会影响测定结果之正确性。

烧 碱

(GB 209 - 63)

本标准适用于水银法和苛化法制得的烧碱。

一、技 术 条 件

1. 烧碱应符合下列指标之要求。

(1) 固体烧碱:

指标名称	水 银 法			苛 化 法		隔 膜 法	
	1 级	2 级	3 级	1 级	2 级	1 级	2 级
a. 氢氧化钠 (NaOH) 含量(%)>	99.50	99.00	98.00	97.00	96.00	96.00	95.00
b. 碳酸钠 (Na ₂ CO ₃) 含量(%)<	0.45	0.90	1.20	1.70	2.50	1.50	1.80
c. 氯化钠(NaCl) 含量(%)<	0.10	0.15	0.25	1.30	1.50	2.80	3.30
d. 三氧化二铁 (Fe ₂ O ₃) 含量(%)<	0.004	0.005	0.010	0.01	0.01	0.01	0.02
e. 颜 色	主体白色 许可带浅 色光头。	同左	同左	同左	同左	同左	同左

(2) 液体烧碱:

指标名称	水银法	苛化法	隔膜法	
			1级	2级
a. 氢氧化钠(NaOH)含量(%) \geq	45.00	42.00	42.00	30.00
b. 碳酸钠(Na_2CO_3)含量(%) \leq	0.30	1.50	1.00	1.00
c. 氯化钠(NaCl)含量(%) \leq	0.04	1.00	2.00	5.00
d. 三氧化二铁(Fe_2O_3)含量(%) \leq	0.003	0.03	0.03	0.01

二、检验规则

2. 烧碱应由生产单位的技术监督部门进行检验, 每批出厂的烧碱都应符合本标准的要求, 并应附有一定格式的质量证明书。

3. 使用单位有权按照本标准规定的技术条件、检验规则和试验方法, 对所收到的烧碱进行验收。

4. 固体烧碱由总桶数 5% 中取样, 但小批时亦不得少于由三桶取样。顺着货桶竖接口剖开桶皮, 将碱击开从上、中、下三处迅速取出等量样品, 小心混匀, 取出总样量不少于 0.5kg 的平均试样, 装于清洁、干燥的磨口玻璃瓶中, 用蜡密封。

生产单位可在包装桶内取熔融碱为试样, 进行检验。即: 按每批(每锅)出钢装桶数的 5% (其中包括首末两桶)。用小勺伸入桶内取样, 其总样量不少于 0.5kg, 经检

验后，用蜡密封。国外碱样品保留六个月、国内保留三个月备查（如因取样方法不同，结果影响质量而发生争执时，仍以剖桶取样为准）。

5. 液体烧碱用槽车或贮槽装运时，从深度不同的上、中、下三处取平均样品。上部取样，从离液面 $1/10$ 之液层取样；下部取样从离底部 $1/10$ 之液层取样。

液体烧碱用桶装运时，由总桶数的 5% 中取样，小批时亦不得少于 3 桶。

用取样器取得的试样，放入清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中，仔细混匀，取出的总试样量，不得少于 1kg ，装试样的瓶口用蜡密封。

6. 在试样瓶上粘贴标签、注明制造厂名称、产品名称、产品等级，槽车号或批号及取样日期。

7. 如果试验结果有一项指标不符合标准，应重新自两倍量的桶中选取试样进行试验。重新试验的结果，即使只有一项指标不符合标准，则整批烧碱即为不合格品。

三、试验方法

8. 试样溶液的制备：

(1) 固体烧碱：用已知重量的称量瓶，迅速称取平均试样 $38\text{g} \pm 1\text{g}$ （精确到 0.0008g ），用新煮沸并冷却到 $50-60^{\circ}\text{C}$ 的不含二氧化碳的蒸馏水溶解，移入 1 升容量瓶中，俟溶液冷却后，加蒸馏水稀释至刻度，摇匀后作为溶液甲。

(2) 液体烧碱：将冷却至室温的液体烧碱试样摇匀，用已知重量的称量瓶称取 50g 试样，精确到 0.0008g ，移入 1 升容量瓶中，加入经煮沸不含二氧化碳的蒸馏水，冷却后稀

释至刻度，为溶液乙。

9. 氢氧化钠含量的测定：

(1) 试剂和溶液：

盐 酸，1 N 标准溶液；

酚 酞，1 % 酒精溶液；

氯化钡，10% 溶液。

(2) 测定手续：

用移液管吸取 50ml 溶液甲或溶液乙，注入 250ml 锥形瓶中，加入 20ml 以酚酞为指示剂刚中和过的 10% 氯化钡溶液，再加入 2~3 滴酚酞作指示剂，用 1 N 盐酸溶液滴定（水银法固碱采用密闭滴定）。

氢氧化钠含量的 % (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times 0.04 \times 1000 \times 100}{G \times 50} = \frac{80 \times V}{G}$$

式中：

V——滴定用去 1 N 盐酸溶液的体积，ml；

G——烧碱试样重量，g；

0.04——相当于 1 ml 1 N 盐酸溶液的氢氧化钠量，g。

10. 碳酸钠含量的测定

(1) 试剂和溶液：

盐酸，1 N 标准溶液；

甲基橙，0.1% 溶液。

(2) 测定手续：

用移液管吸取 50ml 溶液甲或溶液乙，注入 250ml 锥形瓶中，加入 2—3 滴甲基橙作指示剂，用 1 N 盐酸滴定。（溶

液显橙色为止)

碳酸钠含量的% (X_2) 按下式计算:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V) \times 0.053 \times 1000 \times 100}{G \times 50}$$
$$= \frac{106 \times (V_1 - V)}{G}$$

式中:

V_1 ——以甲基橙作指示剂滴定用去 1 N 盐酸的体积, ml;

V ——以酚酞作指示剂滴定用去 1 N 盐酸的体积, ml;

G ——烧碱试样的重量, g;

0.053——相当于 1 ml 1N 盐酸溶液的碳酸钠量, g.

11. 氯化钠含量的测定:

(1) 试剂和溶液:

硝酸, 比重 1.2;

硝酸银, 0.1N 标准溶液;

硫氰化铵, 0.1N 标准溶液;

铁铵矾, 饱和溶液;

(2) 测定手续:

a. 水银法固碱:

用移液管吸取 50ml 溶液甲或溶液乙, 注入 250ml 锥形瓶中, 加入 10ml 硝酸, 再由滴定管加入 10ml 0.1N 硝酸银溶液, 充分摇匀。加 1—2ml 铁铵矾饱和溶液, 再以 0.1N 硫氰化铵溶液滴定过量的硝酸银。(溶液显淡红褐色为止)

氯化钠含量的% (X_2) 按下式计算:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.005846 \times 1000 \times 100}{G \times 50}$$
$$= \frac{11.69 \times (V_1 - V_2)}{G}$$

式中:

V_1 ——加入 0.1N 硝酸银溶液的体积, ml;

V_2 ——滴定用去 0.1N 硫氰化铵溶液的体积, ml;

G ——烧碱试样的重量, g;

0.005846——相当于 1ml 0.1N 硝酸银溶液的氯化钠量, g。

b 苛化法和隔膜法固碱和液碱:

用移液管吸取 25ml 溶液甲或溶液乙, 注入 200ml 容量瓶中, 加入 10ml 硝酸, 再由滴定管加入 15ml、0.1N 硝酸银溶液, 振荡瓶内液体至沉淀凝聚成块, 液体透明为止。加蒸馏水至刻度, 充分混匀, 将溶液经干燥滤纸滤至烧杯中, 弃去最初获得的 10ml 滤液, 自其余滤液中, 以移液管吸取 100ml, 注入 250ml 锥形瓶中, 加入 1~2 ml 铁铵矾饱和溶液, 再以 0.1N 硫氰化铵溶液滴定过量的硝酸银。(溶液显淡红褐色为止)

氯化钠含量的% (X_3) 按下式计算:

$$X_3 = \frac{(V_1 - 2V_2) \times 0.005846 \times 1000 \times 100}{G \times 25}$$
$$= \frac{23.38(V_1 - 2V_2)}{G}$$

式中：

V_1 ——加入0.1N 硝酸银溶液的体积，ml；

V_2 ——滴定用去0.1N 硫氰化铵溶液的体积，ml；

G——烧碱试样的重量，g；

0.005846——相当于1ml 0.1N 硝酸银溶液的氯化钠量，g。

12. 三氧化二铁含量的测定：

(1) 试剂和溶液：

盐酸，比重1.19；

硝酸，比重1.41；

硫酸，20%溶液；

硫氰化铵，15%溶液；

石蕊试纸；

标准铁溶液。1ml 此溶液含0.00001g 三氧化二铁 (Fe_2O_3)。

(2) 测定手续：

用称量瓶称取约10g 固体烧碱或液体烧碱，准确至0.1g，置于250ml 烧杯中，加蒸馏水100ml 溶解或稀释之，用石蕊试纸为指示剂、以盐酸中和、加硝酸5~6 滴酸化之，煮沸5 分钟，溶液冷却后，移入250ml 容量瓶中，加蒸馏水至刻度，充分摇匀。

用移液管吸取所得溶液10ml，注入50ml 带磨口塞的比色管中，加入0.25ml 硝酸，0.25ml 20% 硫酸，5ml 15% 硫氰化铵溶液。以蒸馏水稀释至刻度，将溶液混合均匀。

注：如试样中氯化钠含量较少，测定时取样量应当增加，并按所取试样量进行计算。

在另一同样比色管中，加入 10ml 蒸馏水及同样量的硝酸、硫酸、硫氰化铵，再以微量滴定管，加入标准铁溶液至两个比色颜色相同为止。加蒸馏水使两个比色管体积相同。比色在将两管振摇均匀后进行。

三氧化二铁含量的% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times 0.00001 \times 250 \times 100}{G \times 10} = \frac{0.025 \times V}{G}$$

式中：

V——测定时用去标准铁溶液的体积，ml；

G——烧碱试样的重量，g；

0.00001——相当于 1ml 标准铁溶液的三氧化二铁量，g。

测定结果的公差限度：

公差限度（绝对误差）

NaOH: $\pm 0.15\%$ ；

Na₂CO₃: $\pm 0.05\%$ ；

NaCl: $\begin{cases} \text{(隔膜法)} \pm 0.1\%； \\ \text{(苛化法)} \pm 0.05\%； \\ \text{(水银法)} \pm 0.01\%； \end{cases}$

四、包装、标志及运输

13. 固体烧碱应用铁桶装运，桶壁厚度 0.5mm 以上，耐压 0.5kg/cm² 以上，桶盖须焊接牢固，每桶净重 100kg，200kg。

14. 铁桶上用油漆喷刷标志，其内容包括：制造厂名

称、产品名称、生产日期、批号和净重。并有危险物品的标志。

15. 每批出厂的烧碱都应有质量证明书。证明书内容包括：制造厂名称、产品名称、质量等级、生产日期、净重、本标准号。

纯 碱

(GB 210 - 63)

本标准适用于氨碱法制得的纯碱（碳酸钠）。

一、技术条件

1. 外观：白色粉状结晶。
2. 纯碱应符合下列要求：

指 标 名 称	特种工业用	一般工业用	
		一级品	二级品
(1)总碱量换算为碳酸钠 (Na_2CO_3) 含量 (%) \geq	99.0	98.5	98.0
(2)氯化钠 (NaCl) 含量 (%) \leq	0.5~1.0	1.0	1.2
(3)铁含量换算为三氧化二铁 (Fe_2O_3) 含量 (%) \leq	0.003~0.010	0.010	0.020
(4)水不溶物含量 (%) \leq	0.05~0.15	0.15	0.20
(5)硫酸钠 (Na_2SO_4) 含量 (%) \leq	0.05	0.08	0.10
(6)灼烧失量 (%) \leq	0.5	0.5	0.7

注：①以上指标除灼烧失量外，按第三章试验方法，均系以干基计算。

②硫酸钠指标，除用户提出要求外，不作检验。

③灼烧失量指标仅适用于产品包装时检验用，因成品在贮存过程中，往往由于吸收水分或二氧化碳等而增加灼烧失量，用户可在增重后的总重中扣除增加的灼烧失量，以验收重量。

④特种工业用，系指照相、光学、化学试剂或其它要求高标准特殊需要，其中氯化钠、三氧化二铁、水不溶物只规定一个范围，订货时根据需要在合同中具体规定。

二、验收规则

3. 纯碱应由生产单位的技术监督部门进行验收，制造厂应保证所有生产的纯碱都符合本标准的要求。每批出厂的纯碱都应有一定格式的质量证明书。

4. 使用单位有权按照本标准规定的技术条件、验收规则和试验方法，对所收到纯碱的质量进行检验。

5. 纯碱以不大于50吨为一批。

6. 用取样管至少从每批3%的袋中采取试样；小批者不得少于3袋。取样时，将取样管顺着每袋的垂直中心线插入其深度的3/4处，每袋取样不少于0.2kg。

7. 将所取试样收集一处，充分混匀，以四分法采取平均试样0.5kg装于清洁干燥带磨口塞的广口瓶中。瓶上粘帖标签注明：制造厂名称；产品名称；批号；取样日期及地点。

8. 如果在分析的结果中有一项指标不符合标准，应重新自两倍量的袋中选取试样进行试验；重新试验的结果，即使只有一项指标不符合标准时，则整批纯碱即不能验收。

三、试验方法

9. 总碱量的测定：

(1)试剂和溶液：

甲基橙，0.05%溶液；

硫酸或盐酸，1N标准溶液。

(2)测定手续：

于粗天平上称取试样40g，置于洁净干燥的瓷蒸发皿

中，于 250~300°C 的烘箱中干燥 2 小时，取出倒入干燥带盖的称量瓶中，放于干燥器中冷却之。称取约 2g 干燥冷却后的试样，称准至 0.0002g，置于 250ml 的三角瓶中，以 50ml 水溶解之，加 2~3 滴甲基橙指示剂，以 1N 硫酸或盐酸滴定至溶液由黄色变为橙色为止。

总碱量换算为碳酸钠% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times 0.053 \times 100}{G}$$

式中：

V——滴定用去准确 1N 硫酸或盐酸溶液的体积，ml；

G——试样的重量，g；

0.053——相当于 1ml 准确 1N 硫酸或盐酸溶液的碳酸钠量，g。

10. 氯化钠含量的测定：

(1) 试剂和溶液：

硝酸银，0.1N 标准溶液；

硫氰化铵，0.1N 标准溶液；

硝酸，比重 1.2；

铁铵矾，饱和溶液。

(2) 测定手续：

称取约 2g 经过干燥的试样称准至 0.001g，置于 250ml 锥形瓶中，以 50ml 水溶解后。往溶液中逐滴滴入 12ml 硝酸，加入约 5ml 硝酸银溶液，2ml 铁铵矾溶液，混合之，用硫氰化铵回滴过量的硝酸银至呈现淡红褐色为止。

氯化钠含量% (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.005846 \times 100}{G}$$

式中：

V_1 ——所加入准确 0.1N 硝酸银溶液的体积，ml；

V_2 ——滴定用去准确 0.1N 硫氰化铵溶液的体积，ml；

0.005846——相当于 1ml 准确 0.1N 硝酸银溶液的氯化钠量，g。

11. 铁含量的测定

(1) 试剂和溶液：

盐酸，比重 1.19；

磺基水杨酸，10% 溶液；

氨水，10% 溶液；

石蕊试纸；

铁标准溶液：此溶液 1ml 含 0.0001g 三氧化二铁 (Fe_2O_3)。

(2) 测定手续：

称取 2g 经过干燥的试样 2 份，称准至 0.01g 置于 100ml 烧杯中加 15ml 水溶解。用石蕊试纸作指示剂，以盐酸中和后，再加 3 滴盐酸，加热煮沸 3 分钟。冷却后，将溶液倾于 50ml 比色管中，以少量水洗涤烧杯，洗涤液亦倾于比色管中，用水稀释至 25ml，再加 2ml 磺基水杨酸溶液，混合后，加 5ml 氨水，用水稀释至刻度，充分混合。被试验的 2 份溶液所生成的黄色须一致，并不深于或相等于标准比色液。

标准比色液配制：

于另一同样比色管中，加入 20ml 水及适量的标准铁液（特殊工业用碱加入 0.6~2ml，一般工业用碱一级品加入

2ml, 二级品加入4ml), 加2ml 磷基水杨酸, 混合后加 5ml 氨水, 用水稀释至刻度, 充分混合。为了求得铁含量的绝对值, 需准备一系列的标准比色液, 其标准铁液各相差 0.2ml。

铁含量换算为三氧化二铁% (X_8) 按下式计算:

$$X_8 = \frac{V \times 0.0001 \times 100}{G}$$

式中:

V——所用标准铁溶液的体积, ml;

G——试样的重量, g;

0.0001——相当于 1ml 标准铁溶液的三氧化二铁量, g。

12. 硫酸钠含量的测定

(1) 试剂和溶液:

溴饱和溶液;

盐酸, 6N 溶液;

氯化钡, 10% 溶液;

硝酸银, 10% 溶液;

石蕊试纸。

(2) 测定手续:

称取 10g 经过干燥的试样, 准确度为 0.001g, 置于 250ml 烧杯中, 用 60ml 水溶解之。加 5 滴溴水, 煮沸。冷却后以石蕊试纸作指示剂, 用盐酸中和, 然后再加过量盐酸 1ml, 加热至溴的气味消失。必要时进行过滤, 将滤液稀释至 100ml, 加热煮沸, 加 5ml 氯化钡溶液, 搅拌后静置 18~20 小时, 或于水浴上加热半小时后再静置 1~2 小时。用定量细密滤纸过滤, 沉淀以冷水洗涤至无氯根为止 (用硝酸银

试验)。将沉淀物干燥，低温灰化后，在 $800\sim 850^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重。

硫酸钠含量的% (X_4) 按下式计算：

$$X_4 = \frac{G_1 \times 0.6086 \times 100}{G}$$

式中：

G_1 ——灼烧后的沉淀的重量，g；

G ——试样的重量，g；

0.6086——硫酸钡的重量换算为硫酸钠的系数。

13. 水不溶物含量的测定

称取 10g 经过干燥的试样，称准至 0.01g，置于 400ml 烧杯中，以 200ml 水溶解之，溶液用已知重量的 4 号玻璃过滤器或古氏坩埚过滤，残渣用冷水洗涤至无碱性为止。将滤器连同残渣放于 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥至恒重。

水不溶物含量% (X_5) 按下式计算：

$$X_5 = \frac{G_1 \times 100}{G}$$

式中：

G_1 ——干燥后水不溶物的重量，g；

G ——试样的重量，g。

14. 灼烧失量的测定

取未经干燥的试样 5g，称准至 0.005g，置于一已知重量的小瓷坩埚中，将此小坩埚置于另一大瓷坩埚中，在大瓷坩埚中置一石棉圈，其大小适足使放入的小坩埚的底部距大瓷坩埚的底 7mm。以瓷盖将二个坩埚盖上，并在 $250\sim 300^{\circ}\text{C}$ 的电恒温器中灼烧至恒重。

灼烧失量% (X_0) 按下式计算:

$$X_0 = \frac{(G - G_1) \times 100}{G}$$

式中:

G_1 ——灼烧后的试样重量, g;

G ——灼烧前的试样重量, g。

四、包装、标志和运输

15. 纯碱用麻袋(或其它代用品)包装, 每袋净重分为70、75、80kg 三种(用其它代用品包装另行规定)。

16. 麻袋上标明: 制造厂名称、产品名称、质量等级、净重和本标准号。运输时须装入带篷的货车或轮船中, 并须通风干燥、防止雨淋。

17. 每批出厂的纯碱, 都应附有质量证明书。证明书内容包括: 制造厂名称、产品名称、生产日期、净重、产品质量符合本标准要求的证明和本标准号。

工业硫化钠

(HGB 1010 - 60)

本标准适用于以煤还原硫酸钠而制得的工业熔凝硫化钠，本品又俗称硫化碱。

一、技术条件

1. 工业硫化钠应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标
(1) 硫化钠(Na_2S)含量(%)>	63.50
(2) 水不溶物含量(%)<	1.00
(3) 铁(Fe)含量(%)<	0.25

二、验收规则

2. 工业硫化钠应由制造厂的技术监督部门进行检验，制造厂应保证所有生产和出厂的硫化钠都符合本标准的要求。每一批出厂的硫化钠都应附有一定格式的质量证明书。

3. 用户有权按照第4~10条所规定的验收规则和试验方法，检查所收到的硫化钠质量。核验其指标是否符合本标准的要求。

4. 每包装罐所灌出的产品总量为一批。

5. 以每批总桶数的2%取样，小批者亦不得少于2桶。

将要检验的一桶硫化钠剖开桶皮迅速锤碎，倾入事先在1吨的磅上，称过重量的容器中称量。加水加热至全溶（浓度在25—30%）搅匀再称重后立即采样。

由化验人员进行采样，用内径约10mm一端带有梢口的玻璃管取出具有代表性的液体试样（折为固体硫化钠重量约在10g左右），装入已知重量的称量瓶中以备分析。

6. 如果分析结果有一项不合指标要求，应重新按每批总桶数的4%取样，小批者亦不得少于3桶取样进行试验，重新试验的平均结果，即使只有一项指标不合标准，整批硫化钠不能验收。

附注：全溶至试验完毕时间不得超过4小时。

三、试验方法

7. 试样溶液之制备：将称量瓶内取得的硫化钠试样称重（精确至0.0002g）后洗入1000ml的容量瓶内，加水稀释至近刻度处，冷却至室温，加水至刻度摇匀备用。

硫化钠固体试样重量（G）按下式计算：

$$G = \frac{S}{V} \cdot W$$

式中：S——硫化钠重量，kg；

V——硫化钠加水全溶后之液体重量，kg；

W——称量瓶取的试样重量，g。

8. 硫化钠含量的测定：

（1）试剂及溶液：

醋酸锌（或硫酸锌）……………10%溶液

淀粉……………0.5%溶液

甘油 比重1.26

醋酸……………20% 溶液
 碘……………0.1N 标准溶液
 硫代硫酸钠……………0.1N 标准溶液

(2) 测定手续：在容积500ml 锥形瓶内加水200ml 左右，放入0.1N碘溶液50ml，20%醋酸溶液20ml。然后在搅动下用移液管慢慢滴入20ml试液(7)，过剩之碘用0.1N硫代硫酸钠溶液滴定至微呈黄色，以0.5%淀粉溶液为指示剂，继续滴定至终点。(蓝色消失)

用移液管吸取100ml试液(7)放入250ml之容量瓶中，加入10%醋酸锌(或硫酸锌)溶液40ml，甘油5ml，加水使溶液达刻度处，搅摇均匀后，用干燥之滤纸过滤入干燥的容器中，先过滤之一部弃之，继将过滤得之滤液用移液管吸取100ml注入250ml之锥形瓶中，以0.5%淀粉溶液为指示剂，用0.1N碘溶液滴定至终点。(恰现蓝色)

硫化钠含量% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \left[\frac{(V_1 - V_2)}{20} - \frac{V_3}{40} \right] \cdot \frac{0.003903 \times 1000 \times 100}{G}$$

式中： V_1 ——加入准确0.1N碘溶液的体积，ml；

V_2 ——滴定过剩之0.1N碘溶液所用去之准确0.1N硫代硫酸钠溶液的体积，ml；

V_3 ——第二次滴定用去准确0.1N碘溶液体积，ml；

G——硫化钠试样的重量，g；

0.003903——相当于1ml准确之0.1N碘溶液之硫化钠重，g。

9. 铁(Fe)含量之测定：

(1) 试剂及溶液

过氧化氢	3 % 水溶液
硫氰化铵	4 N 溶液
硫酸	4 N 溶液
异戊醇或乙醚	

标准铁溶液：1 ml 溶液含 $Fe=0.00001g$ ，此溶液只限于制备的当日使用。

(2) 测定手续：用移液管吸取试样溶液（见第 7 条）10ml，放入 100ml 烧杯中，用刻度移液管加入 3 % 过氧化氢溶液 2.5~3.0ml，再加数滴 4 N 硫酸溶液，将此溶液放在水浴上加热 1 小时至不再发生气泡为止。将杯中溶液移入到 100ml 容量瓶中，冷却至室温后加蒸馏水达刻度处，搅摇均匀。

在容积为 50ml 的比色管中，用移液管加入制得的溶液 10ml，加 4 N 硫氰化铵溶液 4ml，4 N 硫酸溶液 1 ml，异戊醇或乙醚 10ml，在另外一个同样的比色管内放入 10ml 水及同量的硫酸，硫氰化铵，异戊醇或乙醚。用微量滴定管一滴一滴的加入标准铁溶液至两个比色管中的醇层或醚层颜色相同为止（可加蒸馏水平衡两个比色管的体积至相同），每次比色在两个比色管振摇后进行比较。

铁含量 % (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{V \times 0.00001 \times 1000 \times 100 \times 100}{G \times 10 \times 10}$$

式中：V——测定时用去标准铁溶液的体积，ml；

G——硫化钠试样重量，g；

0.00001——相当于 1 ml 标准铁溶液的铁重量，g。

附注：使用乙醚时不得将量筒摇搅，用反复倒置以混匀之。

10. 水不溶物含量的测定：

(1) 试剂及试纸：

醋酸铅试纸：

(2) 测定手续：将称量瓶内取得的硫化钠试样（精确度达0.001g）称重后放入于300ml烧杯中，加蒸馏水约200ml，加热，用已知重量的1G4玻璃滤器过滤，并用蒸馏水洗涤至无硫化钠反应（滤液用醋酸铅试纸检查）后将该滤器连同不溶物放入烘箱中，在105~110°C间干燥至恒量。

水不溶物含量% (X_3) 按下式计算：

$$X_3 = \frac{G_1}{G_2} \times 100$$

式中： G_1 ——不溶物的重量，g；

G_2 ——硫化钠试样重量，g。

四、包装、标志、贮存和运输

11. 硫化钠用严密不漏的铁桶装运，每桶净重160kg，桶盖必须焊接牢固，在铁桶上用牢固的油漆标明：制造厂名、产品名称、批号、毛重、净重及本标准号码。

注：生产厂根据用户要求可采用小包装。

12. 在装有硫化钠铁桶上应附有规定形状的安全标志。

13. 运输及贮存应保持包装完整，不得碰破。

14. 每批出厂的硫化钠都应附有质量证明书，证明书内容包括：制造厂名称，产品名称，生产日期，净重，产品质量符合本标准要求的证明和本标准号。

氨 水

(HG1-88-64)

本标准适用于以合成氨制成的氨水,供工业及农业使用。

分子式: NH_3

分子量: 17.03

一、技 术 条 件

1. 外观: 工业用氨水为无色透明或带微黄色的液体。
2. 氨水应符合下列要求:

指 标 名 称	指 标				
	工 业 用		农 业 用		
(1) 氨 (NH_3) 含量 (%) \geq	25	20	20	18	15
(2) 残渣含量 (克/升) $<$	0.3	0.3			

注: 供特殊工业用氨水 CO_2 含量不大于 0.05 克/升。

二、检 验 规 则

3. 氨水应由生产厂的技术监督部门进行检验, 生产厂应保证所有出厂的氨水都符合本标准的要求, 每批出厂的氨水都应附有质量证明书。

4. 使用单位有权按照本标准的检验规则及试验方法检查所收到的氨水质量, 核验其指标是否符合本标准的要求。

5. 装于坛、玻璃瓶，铁桶中之氨水，用玻璃管取样，取样件数占总件数的5%，小批者不得少于3件。所取试样总量不得少于500毫升。

6. 装于槽车或槽船之氨水，用带有细颈的或盖上有细孔的铁制圆桶或者加重瓶（玻璃或铁制的）取样器，从槽车或槽船人孔处慢慢地垂直插到槽车或槽船底部，采取均匀试样。每车或每船所取试样不得少于500毫升。

7. 将取得的试样，装入清洁干燥并带有橡皮塞的玻璃瓶中，瓶上粘贴标签，标明：生产厂名称、产品名称、槽车或槽船号、批号、取样日期。

8. 如果在试验结果中有一项不符合指标的要求，应重新自两倍量的件数中或从槽车、槽船中取样，进行复验。复验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批氨水都不能验收。

三、试验方法

9. 氨含量的测定

(1) 试剂和溶液：

硫酸，1 N标准溶液，

氢氧化钠，1 N标准溶液，

甲基红，0.1%溶液；

(2) 测定手续：

将容积约3毫升的安瓿球称准至0.0002克，称量后用小火将安瓿球的球部加热，立即将毛细管插入氨水中，吸入约1.5~2毫升氨水。将管口封闭并烤干毛细管，再称量（称准至0.0002克）。然后，将安瓿球放入事先用移液管加有50毫

升 1 N 硫酸溶液的带磨口塞的 250 毫升锥形瓶中，将塞塞紧，用力振荡，直至安瓿球破碎为止。洗涤瓶塞，再用玻璃棒将未破碎的玻璃片捣碎，加 2 滴甲基红指示剂，用 1 N 氢氧化钠溶液滴定至终点。（恰显黄色）

氮含量% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \times 0.01703 \times 100}{G}$$

式中：

V ——加入准确的 1 N 硫酸溶液的体积（毫升）；

V_1 ——滴定所消耗准确的 1 N 氢氧化钠的溶液的体积（毫升）；

G ——试样重量（克）；

0.01703——每毫升准确的 1 N 硫酸溶液相当于氮的重量（克）。

（3）氮含量的快速测定：

将取样瓶中试样倒入量筒中测定其比重（准确至 0.002），并用移液管从原取样瓶中吸取 2 毫升试样，放入事先加有 50 毫升蒸馏水的 250 毫升锥形瓶中，加 2 滴甲基红指示剂，用 1 N 硫酸溶液滴定至终点。（恰显红色）

氮含量% (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{V \times 0.01703 \times 100}{2 \times r}$$

式中：

V ——滴定所消耗准确的 1 N 硫酸溶液的体积（毫升）；

r ——试样比重。

注：本方法不作仲裁分析

10. 残渣含量的测定:

振荡盛有试样的玻璃瓶,用移液管吸取50或100毫升氨水,放入已知重量的瓷蒸发皿中,在水浴上蒸发至干,然后放入恒温箱中,于100~105°C下干燥至恒重。

残渣含量克/升(X_8)按下式计算:

$$X_8 = \frac{(G - G_1) \times 1000}{V}$$

式中:

V——试样体积(毫升);

G——盛有干燥残渣的瓷蒸发皿的重量(克);

G_1 ——空瓷蒸发皿的重量(克)。

11. 二氧化碳含量的测定:略

四、包装标志、贮存和运输

12. 氨水用密闭的玻璃瓶、坛、铁桶、槽车或槽船等装运。

13. 氨水贮存时,应放在阴凉避风、隔绝火源的场所,以减少氨的挥发和避免发生爆炸事故。

14. 每批氨水都应附有质量证明书。证明书内容包括:生产厂名称、产品名称、产品类别、槽车或槽船号、批号、出厂日期、产品净重或件数、产品符合本标准要求的质量证明和本标准编号。

工业用合成盐酸

(GB 320-64)

本标准适用于电解食盐所得氯气和氢气被水吸收而制得的盐酸。

一、技术要求

1. 外观：无色或黄色透明的液体。
2. 盐酸须符合下列指标要求：

指 标 名 称	指 标
(1) 氯化氢 (HCl) 含量 (%) \geq	31.0
(2) 铁 (Fe) 含量 (%) $<$	0.01
(3) 硫酸 (换算为 SO_4^{2-})含量 (%) $<$	0.007
(4) 砷 (As) 含量 (%) $<$	0.00002

注：①供特殊用的盐酸，其铁含量不大于0.005%。

②若氯化氢气系在铁的设备中生产，则允许盐酸中铁含量 (%) < 0.02 。

③如使用单位对硫酸含量无要求时，该项可不作检验。

二、验收规则

3. 工业用合成盐酸应由生产单位的技术监督部门进行检验，每批出厂的盐酸都必须符合本标准的要求，并应附有一

定格式的质量证明书。

4. 使用单位有权按照本标准规定的技术要求、验收规则和试验方法对所收到的盐酸进行验收。

5. 盐酸用坛子装运时，应由总坛数的5%中取样，但小批时亦不得少于由三坛中取样。盐酸用槽车装运时，应采用耐酸的排气取样器，从深度不同的上、中、下三处取样。

6. 将所取试样混合均匀，分装于两个清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中，每瓶均不少于500ml。一瓶检验，一瓶封存一个月。瓶上粘贴标签注明：制造厂名称、产品名称、批号及取样日期。

7. 如果检验结果不符合标准，需加倍取样复验，复验结果即使只有一项指标不符合标准时，整批盐酸应按不合格品处理。

三、试验方法

8. 氯化氢含量的测定：

(1) 试剂和溶液：

氢氧化钠 1N标准溶液；

甲基橙：0.05%溶液；

(2) 测定手续：

用称量瓶称取25g试样，称准到0.01g，移注于250ml容量瓶内，用蒸馏水稀释至刻度，小心混合均匀——溶液甲。

取50ml溶液甲，注入锥形瓶内，以甲基橙为指示剂，用氢氧化钠溶液滴定。

氯化氢含量百分数 (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times 0.03647 \times 250}{G \times 50} \times 100$$

式中：V——滴定用去准确1N氢氧化钠溶液的体积，ml；

G——盐酸试样的重量，g；

0.03647——相当于1ml准确1N氢氧化钠溶液的氯化氢量，g。

9. 铁含量的测定：

(1) 试剂和溶液：

硝酸：比重1.2；

硫酸：20%的溶液

硫氰化铵：10%的溶液；

异戊醇；或乙醚。

标准铁溶液：每毫升溶液含铁0.00001g。溶液应于使用当日制备。

(2) 测定手续：

用移液管吸取50ml溶液甲（见第8条）注入烧杯中，加1ml硝酸，加热煮沸2~3分钟，将冷却的溶液移入250ml容量瓶内，用蒸馏水稀释至刻度，小心混合均匀——溶液乙。

吸取10ml溶液乙，移入50ml带磨口塞的比色管中，然后加0.5ml硝酸、0.5ml硫酸、10ml硫氰化铵溶液与10ml异戊醇，将溶液混匀。

于另一同样比色管中注入10ml水，加入与上述相同的硫氰化铵、硝酸、硫酸和异戊醇，再用微量滴定管加入标准铁溶液，至两个比色管内的醇层颜色相同为止。比色在每次振摇混匀两管溶液后进行。

如果醇层的颜色太深时，试液需要稀释。

铁含量百分数 (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{V_1 \times 0.00001 \times 250 \times 250}{G \times 50 \times 10} \times 100$$

式中： V_1 ——测定时用去标准铁溶液的体积，ml；

G ——第8条测定氯化氢时所取盐酸试样的重量，g；

0.00001——相当于1ml标准铁溶液的铁量，g；

10. 硫酸含量的测定：略

11. 砷含量的测定：略

12. 测定结果的允许偏差：

HCl：±0.3%；

Fe：±0.002%。

四、包装、标志及运输

13. 盐酸用特制的内衬橡胶的密封槽车及陶瓷坛装运，每坛净重为25kg、28kg或30kg。

14. 盛盐酸的陶瓷坛用螺丝盖塞好，盖的四周用耐酸材料涂封。将坛装于衬稻草或杂草的板条箱中，板条箱应高出坛口至少20mm。

15. 每辆装盐酸的槽车或每批装坛的盐酸都应附有质量证明书。证明书内容包括：制造厂名称、产品名称、产品质量、生产日期、净重、批号和本标准号。

工业硫酸

(GB 534 - 65)

本标准适用于铅室法、塔式法、接触法和浓缩法制得的工业硫酸。

分子式： H_2SO_4

分子量：98.08 (按1961年国际原子量)

一、技术条件

1. 工业硫酸应符合下列要求：

指标名称	稀硫酸		浓硫酸		发烟硫酸
	铅室法	塔式法	浓缩法和接触法	接触法	
(1) 硫酸(H_2SO_4)含量, %	> 65.0	75.0	92.5	98.0	
(2) 游离硫酸酐(SO_3)含量, %	>				20.0
(3) 氮的氧化物 (以 N_2O_5 计) 含量, %	< 0.01	0.03			
(4) 灼烧残渣含量, %	<		0.1	0.1	0.1
(5) 铁 (Fe) 含量, %	<				0.03

注：①供人造纤维、纺织印染、硝化、医药及食品工业等用的硫酸，其外观应符合本标准第13条之规定。

②供纺织和人造纤维工业用的浓硫酸，铁含量不大于0.015%。

③供皮革及人造纤维用的浓硫酸，氮的氧化物（三氧化二氮）含量不大于0.0001%。

④供食品工业及药用的浓硫酸，砷含量不大于0.0001%。

二、检验规则

2. 工业硫酸应由生产厂的技术监督部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的硫酸都符合本标准的要求。每批出厂的硫酸都应附有质量证明书。

3. 使用单位有权按照本标准中的检验规则和试验方法，对所收到的工业硫酸进行验收。

4. 装槽车的硫酸，用细颈铅制圆桶或加重瓶从槽车入孔处缓缓放至槽车最深处采取均匀试样。每车所取试样不得少于500毫升。

5. 装坛子的硫酸，用玻璃管由3%的坛中取样，小批亦不得少于三坛。所取试样总量不得少于500毫升。

6. 将取得的试样混合均匀，装入清洁干燥、带磨口塞的玻璃瓶中，瓶上贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、槽车号或批号及取样日期。

7. 如果在试验结果中有一项指标不符合要求时，应重新自两倍量的坛中选取试样，或重新自槽车中取两倍量的试样进行试验。重新试验的结果，即使只有一项指标不符合要求，则整批硫酸不能验收。

三、试验方法

8. 硫酸含量的测定

(1) 试剂和溶液

甲基红和亚甲基蓝混合指示剂；

氢氧化钠：0.5N标准溶液（用标准酸和混合指示剂以比较法标定）；

(2) 测定手续：取约 1 克硫酸试样，置于预先已称重的带磨口盖的小称量瓶中，称准至 0.0002 克，小心移入加有 50 毫升水的 250 毫升锥形瓶中，溶液冷却至室温。加入 2 ~ 3 滴混合指示剂，用 0.5N 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈现灰绿色为终点。

(3) 计算：

硫酸含量% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times 0.02452}{G} \times 100$$

式中：V——滴定用去准确 0.5N 氢氧化钠的体积，毫升；

G——试样的重量，克；

0.02452——1 毫升准确 0.5N 氢氧化钠标准溶液相当的硫酸量，克。

9. 发烟硫酸中游离硫酸酐含量的测定：略

10. 氮的氧化物含量的测定：略

11. 灼烧残渣的测定

(1) 测定手续：称取试样 20 克，称准至 0.01 克，置于已知重量的磁坩埚或磁皿中，在砂浴上蒸发至干，将残渣在 600-700°C 灼烧至恒重。

(2) 计算

灼烧残渣含量% (X_4) 按下式计算：

$$X_4 = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中：G₁——坩埚与灼烧后残渣的重量，克；

G_2 ——坩埚的重量，克；

G ——试样的重量，克。

注：如残渣含量不超过本标准所规定的铁含量之1.43倍时，则本标准第12条铁含量的测定可以不进行。

12. 铁含量的测定

(1) 试剂和溶液

盐酸：比重1.19；

硫酸：比重1.84；

硫氰酸铵：15%溶液；

过硫酸铵。

铁标准溶液：1毫升含Fe 0.00001克。

(2) 测定手续：在本标准第11条测定灼烧残渣后的坩埚中，加入5毫升盐酸，用表玻璃盖住坩埚，放在水浴上加热至铁的氧化物完全溶解，待溶液冷却后移于100毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

用移液管吸取稀释液5毫升，放入50毫升带磨口塞的比色管中，加20毫升水、1毫升盐酸、5毫升硫氰酸铵溶液，以水稀释至刻度，充分混合之。在另一同样的比色管中，加20毫升水及与上述同量之盐酸和硫氰酸铵溶液，用水稀释至近刻度，再以微量滴管滴入铁标准溶液至两个比色管内溶液颜色相等为止。

(计算)

铁含量百分数 (X_0) 按下式计算：

$$X_0 = \frac{V \times 0.00001 \times 100}{5 \times G} \times 100 = \frac{0.02 \times V}{G}$$

式中：V——滴入比色管中铁标准溶液的体积，毫升；

G——本标准第11条测定灼烧残渣所取试样的重量,克;

0.00001——1毫升铁标准溶液中所含的铁量,克。

注:稀硫酸中铁含量的测定,可直接称取试样1克,以水稀释至25毫升,加0.05克过硫酸铵,然后按上述方法进行测定。

13. 外观的测定 略

14. 砷含量的测定 略

四、包装、标志与运输

15. 硫酸装于槽车(槽船)内运输。

16. 硫酸也可装于陶瓷坛(或其他耐酸包装物)内运输,坛盖用耐酸材料涂封,置于木箱中,坛的周围衬有草、刨花或细炉渣等物。

17. 每一批出厂的硫酸都应附有质量证明书,证明书包括下列内容:生产厂名称、产品名称、槽车号或批号、产品出厂日期、产品净重或件数、产品质量符合本标准要求的证明和标准编号。

18. 每一批出厂的硫酸,包装外部应有符合GB190-63的腐蚀性物品的标志。

▲氧化值的测定:

吸取浓硫酸25毫升于盛有100毫升水的250毫升三角瓶中,用0.02N高锰酸钾滴定至红色出现后30秒钟内不消失即为终点。

硫酸用于R-2法制备二氧化氯时其氧化值应为25毫升浓硫酸所消耗的0.02N高锰酸钾一般不超过4毫升,最高不超过8毫升。

芒 硝

(QB 379 - 64)

本标准适用于以海盐卤水为原料，利用自然冷冻方法生产的含有十个结晶水分子的粗制芒硝。

一、技 术 要 求

1. 化学指标：

- (1) 硫酸钠含量不少于34%；
- (2) 氯化物以氯化钠计不多于3.5%；
- (3) 水不溶物不多于4%，江苏地区出产的不多于2%。

注：芒硝堆存日久，硫酸钠含量超过37%时，氯化钠及水不溶物允许含量，应按上列百分数的比例相应提高。

二、试 验 方 法

2. 取样：本条各项规定只适用于收货方验收时取样。

(1) 就坨交货者，在芒硝堆上纵横各隔一定距离划直线，在纵横线相交处取样，取样部位不少于20个，每个部位取样约0.5公斤。

(2) 车上交货者，每车取样部位不少于4个，每个部位取样约0.5公斤。

(3) 船上交货者，根据船的载重量，载重10吨以内

的，每船在6个以上不同部位取样，每个部位取样约0.5公斤；载重10~30吨的，每船在10~15个不同部位取样，每个部位取样约0.5公斤；载重30吨以上的，每船在15~20个不同部位取样，每个部位取样约0.5公斤。

(4) 取样时用取样器(探子)插入芒硝内抽取，在车、船上取样应插入纵深1/2以上，在坨上取样应插入纵深0.7米以上。

(5) 各部位取出的样品，在不受污染的条件下，全部充分混合，用四分法缩取至约1公斤。平均分装于两个清洁干燥的玻璃瓶中，瓶口加塞，用石蜡密封。每瓶贴上标签，标明产品名称、生产场名、批号、全批重量、取样日期及地点。由取样人签名。一瓶由收货单位复验，一瓶交生产场保存，备作必要时作仲裁检验用。

仲裁样品保存期限为三个月。

3. 检验：

(1) 水不溶物含量：称取约25克芒硝平均样品(精确至0.1克)溶于少量蒸馏水中，待全部溶解残渣下沉后，用已经热水洗涤并在100~105°C烘至恒重的滤纸过滤。以热蒸馏水冲洗水不溶物，直到洗液与氯化钡溶液不起反应为止。

滤液及洗液收集于500毫升的容量瓶中，冷却后，加蒸馏水至刻度，摇匀，供检验氯化钠和硫酸钠用。

将带有水不溶物的滤纸连同漏斗于80~90°C下烘30分钟，再将滤纸取出，折叠后，移入预先烘至恒重的称量瓶中，于100~105°C下烘至恒重。水不溶物含量百分数(X)按下式计算：

$$X = \frac{B - A}{C} \times 100$$

- 式中 A——称量瓶加滤纸重(克)；
 B——称量瓶加带有水不溶物的滤纸重(克)；
 C——称取芒硝样品重(克)。

(2) 氯化钠含量：

a. 试剂及溶液：

硝酸银标准溶液(0.1N)

硫代氰酸铵标准溶液(0.1N)

铁铵矾饱和溶液。

b. 测定手续：吸取测定水不溶物的滤液 50 毫升于 250 毫升量瓶中，用几滴浓硝酸酸化，加入过量的 0.1N 硝酸银溶液，并加以振荡，直到沉淀聚成小块、溶液透明为止。然后加蒸馏水至刻度，充分混匀。以干燥滤纸过滤，将最初 5 ~ 10 毫升滤液弃去，以移液管吸取 100 毫升滤液，放入锥形瓶中，加 1 ~ 2 毫升铁铵矾饱和溶液，用 0.1N 硫代氰酸铵溶液照标定硫代氰酸铵溶液时的操作方法，滴定过量的硝酸银。氯化钠含量百分数(X)按下式计算：

$$X = \frac{0.005845(A \times K - 2.5B \times K_1) \times 500/50}{C} \times 100$$

- 式中 A——所加硝酸银溶液毫升数；
 K——换算硝酸银溶液为准确 0.1N 的系数；
 B——回滴时所用硫代氰酸铵溶液毫升数；
 K₁——换算硫代氰酸铵溶液为准确 0.1N 的系数；
 C——芒硝称取量(测定水不溶物时的称取量)。

(3) 硫酸钠含量：吸取测定水不溶物的滤液 100 毫升于烧杯中，加热至沸腾，再加 10% 的氨溶液 10 毫升和 1~2 克碳酸铵，倒入 250 毫升量瓶中，冷却后，加蒸馏水至刻度，摇匀，静置澄清后，取 50 毫升透明溶液，放入已知重量的大磁坩锅中，再加 0.2~0.3 克纯硫酸铵，置水浴上蒸干。然后，小心灼烧，逐渐提高温度达红热，至恒重为止。硫酸钠含量百分数 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{25A \times 100}{B} - 1.215C$$

式中 A——灼烧后硫酸钠重量 (克)；

B——称取样品重量 (克)；

C——按本条第 2 款测定所得氯化钠百分数；

1.215——氯化钠换算为硫酸钠的系数。

三、验收规则

4. 芒硝的交货方式及交货地点由生产、使用双方共同商定。

5. 生产单位交货时，应附检验合格证，合格证上注明：(1) 生产场名；(2) 产品名称；(3) 发货批号；(4) 本批数量；(5) 出场日期；(6) 本标准号。

6. 收货方按照双方共同商定的交货方式和交货地点进行验收，如对芒硝的品质有怀疑，可按照本标准第 2 条规定的取样方法，采取平均样品，并按照第 3 条规定的试验方法进行复验。

7. 如复验结果认为不合标准时，应在一个月內提出书面意见。双方互不承认对方试验结果时，应由双方作平行试

驗解決。如需仲裁試驗時，由雙方共同提交輕工業部制鹽工業科學研究所，該所按照本標準所作的裁決，即為最後的裁決。仲裁試驗費用由負方負擔。

四、包裝、標志、運輸和保管

8. 芒硝不加包裝，運輸均用散裝。運輸工具在使用前必須清掃，以防污染硝質。裝運時須注意避免帶入泥土或其他雜質。長途運輸應加苫蓋，以防雨淋溶化。

9. 保管處所須清潔乾燥，地勢宜略高，注意防水，露天堆存應加苫蓋。

▲ I. 鐵含量的測定

(1) 試劑及溶液

標準鐵比色液：每毫升含Fe 0.01毫克

10%硫氰酸鉍

硝酸：比重1.2

異戊醇或乙醚。

(2) 測定手續：吸取測定水不溶物的濾液25毫升於250毫升燒杯中加1毫升硝酸（比重1.2）加熱煮沸數分鐘，冷後移入500毫升容量瓶中，稀釋至刻度，搖勻。再吸取此稀釋液10毫升，作測定鐵的試液，以下程序可按工業硫化鈉中鐵含量的測定進行。

▲ I. 氧化鈣含量的測定。

(1) 試劑及溶液

氨水 (1:1)

2%氯化鉍溶液

5%草酸鉍溶液

(2) 测定手续：吸取测定水不溶物的滤液25毫升，加1:1氨水至呈碱性（用甲基红作指示剂），使铁铝沉淀。将沉淀滤出，用2%氯化铵溶液洗涤两次，然后再用水洗涤沉淀至无氯离子为止（用HNO₃及AgNO₃检验）收集滤液及洗液于400毫升烧杯中，加热至沸，加入微过量的5%草酸铵溶液，使之生成CaC₂O₄，放置数小时使沉淀下沉，再用定量滤纸过滤，用水洗涤沉淀至无氯离子，将沉淀及滤纸置于已知重量的磁坩埚中在800°C以上灼烧至恒重，即为CaO重量。氧化钙含量% (X)按下式计算：

$$X = \frac{G}{W \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{G \times 20}{W} \times 100$$

式中：G——灼烧后CaO重量，克；

W——试样重量，克。

▲ Ⅱ. 氧化镁含量的测定。

(1) 试剂及溶液

盐酸比重1.19

20%磷酸氢二铵

硝酸比重1.4

10%、2.5%氨水

(2) 测定手续：收集上项测定氧化钙的滤液及洗液，并加入75毫升浓硝酸，在沙浴上蒸发至干，以破坏草酸铵。再在残渣中加盐酸（比重1.19）2毫升，25毫升水，使残渣润湿后溶解。再加水稀释至100毫升。然后加入过量的磷酸氢二铵，加热至沸，并立即加10%氨水使氨水量占总体积的1/3。放置过夜。用定量（紧密）滤纸过滤Mg(NH₄)PO₄沉

淀，用 2.5 % 氨水洗涤沉淀。将沉淀及滤纸置已知重量的磁坩埚中，烘干炭化，在 950°C — 1000°C 的高温炉中灼烧至呈白色的 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ，如颜色不白时，可加数滴硝酸，再进行灼烧，直至恒重。

氧化镁含量 % (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G \times 0.3621}{W \times \frac{25}{500}} \times 100$$

式中：G—— $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 重量，克；

W——试样重量，克；

0.3621—— $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 换算成 MgO 之系数。

硫 磺

(部标草案)

本标准适用于以硫铁矿灼烧熔炼加工制得块状硫和粉状硫，供应各工业部门及农业上使用。

一、技术条件

外观：块状硫，粉状硫。

块状硫粉状硫应符合以下要求：

指 标 名 称	块 状 硫		粉 状 硫	
	一 等 品	二 等 品	一 等 品	二 等 品
1. 硫含量% >	99.5	98.5	99.5	98.5
2. 水分% <	0.1	0.3	0.1	0.3
3. 灰分% <	0.1	0.3	0.1	0.3
4. 酸度(换算为硫酸)% <	0.01	0.03	0.01	0.03
5. 砷含量% <	0.002	0.02	0.002	0.02
6. 细 度				
7. 100号筛(1600孔/Cm ²)余物%			0.5	1.0

注：砷含量在试行期中，一般不作检查项目，如果用户有特殊要求，可与生产厂协商，作为控制指标检查。

二、验收规则——略

三、试验方法

1. 水分的测定：

称取试样 2 ~ 3 克（准确至 0.0002 克）于已恒重之称量瓶中，其直径为 45mm，高为 30mm，于 75—80°C 烘箱中烘 2 $\frac{1}{2}$ 小时，冷却于干燥器中，称其重量。

测定结果按下式计算：

$$\text{水分}\% = \frac{G_1 - G}{G_1} \times 100$$

式中：G₁——未经干燥时试样重，克；

G——烘干后之试样重，克；

2. 灰分含量的测定：

称取 5 克（称准至 0.0002 克）试样于已恒重之坩埚中，在电炉上小心加热至硫完全燃烧为止。然后移入 750~800°C 灼烧 30 分钟。

测定结果按下式计算：

$$\text{灰分}\% = \frac{G_1 - G}{W} \times 100$$

式中：G₁——空坩埚与灰分重量，克；

G——空坩埚重量，克；

W——试样重量，克。

3. 酸度的测定：

(1) 试剂及溶液：

酚酞指示剂

0.01N 氢氧化钠溶液。

中性乙醇

(2) 测定方法和计算：

称取干燥试样约25克（准确至0.01克）置于400ml烧杯中，用中性乙醇润湿后，加入180ml水，用表面皿盖上，并随时搅拌，加热煮沸20~30分钟，冷后，滤入250ml量瓶中，用水充分洗涤滤纸，并用水稀释至刻度。混匀后，吸取此溶液100ml，注入250ml烧杯中，加酚酞指示剂2~3滴，用0.01N NaOH标准溶液滴定至呈微红色。再加热至沸保持30秒钟至红色不褪为止。同时作空白试验。

酸度（以H₂SO₄计）按下式计算：

$$\text{酸度}\% = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 0.049}{G \times \frac{100}{250}} \times 100$$

式中：V₁——滴定试液所耗0.01N NaOH ml数；

V₂——滴定空白所耗0.01N NaOH ml数；

N——NaOH溶液的当量浓度；

0.049——与1ml 1N NaOH相当的H₂SO₄量，克。

4. 硫的含量：

硫含量百分率按下式计算：

硫% = 100 - (水份% + 灰份% + 酸度% + 砷%)

注：未测定砷量不必减砷量。

石 灰

(一) 取样方法:

采取能代表全部石灰的样品10~20块,并在每块上敲下小样,再敲细混合均匀,用四分法缩减至50克左右,以磁钵研细并全部通过100目筛子,试料用清洁干燥的广口瓶贮存盖好,若石灰为粉状物,取样后亦要研细再筛至全部通过100目。

(二) 试剂及溶液:

0.05N 盐酸标准溶液

0.05N 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准溶液

1N 氢氧化钾溶液

1N 盐酸溶液

1% 酚酞指示剂

0.1% 钙黄绿素指示剂

0.5% 酸性铬蓝K指示剂

氨—氯化铵缓冲溶液

固体蔗糖

(三) 测定方法及结果计算:

1. 酸不溶物测定:

精确称取试样1克,置于300毫升烧杯中,加入约45毫升1N盐酸,煮沸过滤,用蒸馏水洗涤残渣,并把洗净的残渣移入已恒量的坩埚中灼烧至重量不变,滤液和洗液收集在1000毫升量瓶中,冷后稀释至刻度。

$$\text{酸不溶物}\% = \frac{\text{坩埚增加的重量}}{\text{试样重}} \times 100$$

2. 氧化钙含量:

吸取测定酸不溶物的滤液50毫升置于250毫升锥形瓶中, 加入蒸馏水50毫升, 及1N氢氧化钾5毫升和0.1%钙黄绿素指示剂1~2滴, 立即用0.05N乙二胺四乙酸二钠标准液进行滴定至溶液绿色萤光消失并转为无色或微棕色为止。记下毫升数V。

$$\text{氧化钙含量}\% = \frac{N \times V \times 0.028}{G \times \frac{50}{1000}} \times 100$$

3. 氧化镁含量测定:

吸取(1)项稀释好的试液50毫升加入氨缓冲溶液8毫升, 及酸性铬蓝K指示剂5~7滴, 以0.05N乙二胺四乙酸二钠标准液滴定至溶液由红色变蓝色为止, 记下毫升数V₁, 此为氧化钙镁总量

$$\text{氧化镁含量}\% = \frac{(V_1 - V) \times N \times 0.02016}{G \times \frac{100}{1000}} \times 100$$

2.3式中: V——滴定氧化钙所耗0.05NEDTA
液体积毫升。

V₁——滴定氧化钙镁所耗0.05NEDTA体积, 毫升;

N——EDTA标准溶液当量浓度。

G——试样量, 克。

0.028——与1毫升1NEDTA相当的氧化钙量, 克;

0.02016——与1毫升1NEDTA相当的氧化镁量, 克。

4. 有效石灰含量

精确称取试样0.4~0.5克于250毫升带塞锥形瓶中，加入蔗糖4克，玻璃球15~20颗，和新煮沸而冷却后的蒸馏水50毫升，塞好，振荡15分钟，加入2滴酚酞指示剂，用0.5N盐酸标准液滴定至粉红色显著消失，30秒内不重新显红色为止，按下式计算：

$$\text{有效石灰}\% = \frac{N \times V \times 0.028}{G} \times 100$$

式中：V——滴定用去0.5N盐酸体积；毫升；

N——盐酸标准溶液当量浓度；

G——试样重量，克。

5. 灼烧减量：

用已恒重的坩埚，精确称取试样1克，于800—1000°C温度中灼烧至少2小时，在干燥器中冷却，称取重量。

$$\text{灼烧减量}\% = \frac{\text{灼烧后减少之重量}}{\text{试样重}} \times 100$$

(四) 注意事项：

1. 石灰吸水性极强，故在粉碎样品，过筛及称量时须迅速操作。

2. 分析所用之蒸馏水必须先经煮沸逐去二氧化碳，并经冷却，因为热水会使蔗糖与钙生成溶解度较小的蔗糖三钙(C₁₂H₂₂O₁₁, 3CaO)。

3. 若放置30秒后复现红色，是由于氧化镁影响，可不管。

工业无水亚硫酸钠

(HG 1-209-65)

本标准适用于工业无水亚硫酸钠。主要用于照相显影、食物防腐剂、医药、植物漂白等。

分子式： Na_2SO_3

分子量：126.04（按1961年国际原子量）

一、技术条件

1. 外观：白色结晶粉末。
2. 纯度及杂质含量应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标	
	一 级	二 级
亚硫酸钠 (Na_2SO_3) 含量, %	≥ 96	93
铁 (Fe) 含量, %	≤ 0.02	0.02
水不溶物含量, %	≤ 0.03	0.05
游离碱(以 Na_2CO_3 计) 含量, %	≤ 0.60	1.00

二、检验规则

3. 无水亚硫酸钠应由生产厂的技术检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的无水亚硫酸钠都符合本标准的

要求，每一批出厂的无水亚硫酸钠都应附有一定格式的质量证明书。

4. 使用单位有权按照本标准第5~13条规定的检验规则和检验方法对所收到的无水亚硫酸钠质量进行核验。核验其指标是否符合本标准的要求

5 每批重量规定不超过4吨。

6. 取样方法：每批应由20%桶（袋）内选取样品，从桶（袋）口的一侧斜插至对侧深度的3/4处进行取样。

7. 将选取的试样仔细混匀，分别装入两只清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、批号和取样日期。瓶口用蜡封严，保存6个月，一瓶交化验室进行检验，另一瓶保存备仲裁分析之用。

8. 如检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的桶（袋）中选取无水亚硫酸钠试样进行检验，重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批无水亚硫酸钠不能验收。

9. 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，仲裁机构可由双方协议选定。仲裁时应按照本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

三、检 验 方 法

10. 亚硫酸钠含量的测定

(1) 试剂和溶液

硫代硫酸钠：0.1N标准溶液，

碘：0.1N标准溶液，

盐酸：比重1.12；

淀粉溶液：0.5%溶液；
蒸馏水：不含二氧化碳。

(2) 测定手续

以减量法快速准确称取试样0.25克（称准至0.0001克），置于250毫升锥形瓶中，于该瓶中事先加入0.1 N碘标准溶液50毫升及蒸馏水30~50毫升，混合后静置5分钟，加入盐酸1毫升，混匀，以0.1 N硫代硫酸钠标准溶液滴至淡黄色时，加入淀粉指示液（约5毫升左右），继续滴定至无色即为终点。

Na_2SO_3 含量%(X)按下式计算

$$X = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2) \times 0.06303}{G} \times 100$$

式中： V_1 ——滴定用去碘标准液的体积，毫升；

N_1 ——碘标准溶液的当量浓度；

V_2 ——滴定用去硫代硫酸钠标准溶液的体积，毫升；

N_2 ——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度；

0.06303——每毫克当量 Na_2SO_3 之克数；

G——试样重量，克。

11. 铁含量的测定

(1) 试剂和溶液：

磺基水杨酸：10%溶液；

盐酸：比重1.19；

硫酸：比重1.11；

氨水：10%溶液。

(2) 铁标准溶液：

此溶液1毫升含有0.01毫克Fe，此溶液配制后当日使用。

(3) 测定手续：称取试样1克（称准至0.001克），置于

150毫升烧杯中，以10毫升蒸馏水溶解，加入4毫升盐酸，在水浴上蒸干。将蒸干后残渣溶于10毫升蒸馏水中，再加入盐酸1毫升，在水浴上再次蒸干。将蒸干残渣溶于20毫升蒸馏水中，加入10%磺基水杨酸溶液2毫升和10%氨水10毫升。混匀，注入比色管中，与铁标准溶液进行比色。

于另一同样比色管中加入蒸馏水20毫升、10%磺基水杨酸2毫升、10%氨水10毫升，滴入铁标准溶液（1毫升标准溶液含有0.01毫克Fe），至与样品管中颜色相同为止。补足水使两管液面同高，混匀后再进行比色。

铁（Fe）含量%（ X_1 ）按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times 0.00001 \times 100}{G} = 0.001V/G$$

式中：V——滴定用去铁标准溶液的体积，毫升；

G——试样的重量，克。

12. 水不溶物的测定

称取试样25克（称准至0.01克）置于400毫升烧杯中，加250毫升沸水溶解，烧杯盖以表面皿，在水浴上保温1小时，用已恒重的4号玻璃过滤坩埚过滤，以100毫升沸水分次洗涤不溶物，最后将不溶物及坩埚放入干燥箱中在105~110°C烘干至恒重。

水不溶物含量%（ X_2 ）按下式计算：

$$X_2 = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——水不溶物与坩埚烘干至恒重的重量，克；

G_2 ——过滤坩埚的重量，克；

G——试样的重量，克。

13. 游离碱的测定

(1) 试剂和溶液

氢氧化钠：0.1N标准溶液；

盐酸：0.1N标准溶液，

过氧化氢：30%；

甲基红：0.1%乙醇溶液。

(2) 测定手续：于100毫升锥形瓶中加入蒸馏水10毫升、过氧化氢2毫升、甲基红指示液1滴，混匀后逐滴加入0.1N氢氧化钠溶液，至溶液呈现黄色。

称取试样1克（称准至0.0002克），使充分溶解于上述溶液中，静置5分钟，待冷却至室温后，立即以0.1N盐酸标准溶液滴定至溶液呈现红色为终点。

游离碱（以 Na_2CO_3 计）含量% (X_3) 按下式计算：

$$X_3 = \frac{V \cdot N \times 0.053}{G} \times 100$$

式中：V——滴定用去盐酸标准溶液的体积，毫升；

N——盐酸标准溶液的当量浓度；

G——试样的重量，克；

0.053——每毫克当量 Na_2CO_3 之克数。

四、包装、标志、贮存和运输

14. 工业无水亚硫酸钠用木桶或布袋包装，内衬两层牛皮纸袋及一层防潮或塑料袋。木桶包装每桶净重50公斤，布袋包装每袋净重40公斤。

15. 每桶（或袋）内应附有质量证明书，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号、净重、生产日期、产品质量

符合本标准要求的证明和本标准编号。

16. 每件包装外均应有下列标志：产品名称、等级、批号、本标准编号和生产日期。

17. 本产品必须密封，防止空气氧化，不应与氧化剂、强酸共置一处，应放在干燥处所。

18. 运输时必须装在带棚车内，不能受潮，不能日晒。

漂 白 粉

(HG 1-30-64)

本标准适用于消石灰经氯气氯化而制得的漂白粉，主要供漂白、消毒之用。

一、技 术 条 件

1. 外观：白色粉状。
2. 漂白粉应符合下列指标之要求：

指 标 名 称	指 标		
	一级品	二级品	三级品
(1)有效氯含量% >	32	30	28
(2)有效氯与总氯量之差% <	3	4	5
(3)游离水含量% <	5	6	7
(4)沉降率ml <	400	400	400

注：如用户无要求，指标(4)可不作检验。

二、检 验 规 则

3. 漂白粉应由生产单位的技术监督部门进行检验，生产单位应保证所有出厂的漂白粉的质量全部符合本标准的要求。每批出厂的漂白粉都应附有一定格式的质量证明书。

4. 在每批交付的漂白粉中，对每一包装件都要进行检查。

检查其包装封口及标志是否符合本规定的规定。

5. 由每次交付之同级漂白粉的10%铁桶(木箱按5%)中取样检验,但小批时亦不得少于由5桶(5箱)中取样检验。取样采用带套管之管状取样器进行,插入距桶底的3/4深处,木箱取样时,取样器以对角线的方向插入。

6. 将取之试样放置一处,仔细混匀后立即分装于两个清洁干燥茶色带磨口塞的玻璃瓶中,一瓶送交工厂化验室检验,另一瓶瓶口加封后以标签注明:产品名称、生产日期、取样日期、批号等保留至少半个月,以备查考。

7. 试验结果有不符合标准要求时,则应重新自两倍量的铁桶或木箱中取样复验。复验结果仍有一项指标不符合标准要求时,则整批漂白粉按不合格品处理。

8. 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法,核验所收到的漂白粉质量。

三、试验方法

9. 有效氯含量之测定。

(1) 试剂与溶液:

亚砷酸钠 0.1 N 标准溶液。

碘化钾——淀粉试纸。

(2) 测定手续:混匀所取之试样,自其中取出约50g样品,置于磁研钵中,仔细研磨后取7g,置于已知重量的清洁干燥的带磨口塞的称量瓶中,用分析天平称其重量(准确至0.001g),称好之试样移入磁研钵中,加少许蒸馏水研磨至呈均匀乳液为止,然后将乳液移入500ml容量瓶内,用蒸馏水冲洗研钵及称量瓶,洗液也加入容量瓶内,以蒸馏水

稀释至刻度，摇匀为一溶液（甲）。

吸取摇匀的溶液（甲）25ml于250ml三角瓶中，用准确0.1N亚砷酸钠标准溶液滴定，至溶液在碘化钾淀粉试纸上不显色时即为终点。

有效氯% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times 0.00355 \times 500}{G \times 25} \times 100$$

式中：V——滴定用去准确0.1N亚砷酸钠溶液的体积，ml；

G——试样重量，g；

0.00355——相当于准确0.1N亚砷酸钠溶液有效氯量，g。

10. 总氯量测定。

(1) 试剂与溶液：

硝酸银 0.1N 标准溶液；

硫氰化铵 0.1N 标准溶液；

硝酸1:1溶液；

硫酸亚铁固体。

(2) 测定手续：吸取25ml溶液（甲）（见9条）于250ml三角瓶中，加入准确0.1N硝酸银标准溶液50ml加热煮沸，加入1g硫酸亚铁再煮沸后，加入1:1硝酸10ml，经10~15分钟后在冷水中冷却至室温，然后以准确0.1N硫氰化铵标准溶液滴定至微红色为终点。

总氯量% (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.00355 \times 500}{G \times 25} \times 100$$

式中：V₁——加入准确0.1N硝酸银标准溶液的体积，ml；

V₂——滴定用去准确0.1N硫氰化铵标准溶液体积，

m_1 ;

G —— 试样重量, g;

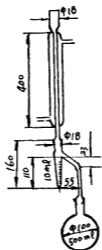
0.00355 —— 相当于 1ml 准确 0.1 N 硝酸银标准溶液的氯量, g。

11. 游离水含量测定。

(1) 试剂与仪器:

甲苯 (用氯化钙脱水后使用);

水分测定器 (如图)。



水分测定器图

(2) 测定手续: 称取试样 25g (准确至 0.1g), 移入 500ml 干燥的烧瓶中, 加 100ml 甲苯, 将蒸馏接受器, 冷凝器与烧瓶如图装置后, 在油浴中加热 (温度在 125~135°C)

保持回流45分钟左右（至接受器中水分不再增加为止），停止加热后，用甲苯将冷凝器壁上的水珠冲下，20分钟后记下水的体积。

游离水含量% (X_a) 按下式计算：

$$X_a = \frac{V \times 100}{25}$$

式中：V——接受器内水的体积，ml。

12. 沉降率的测定。

称取试样 100g（准确至 0.1g），移入 1000ml 量筒中（量筒有效高度为 300~350mm），加蒸馏水（ $20 \pm 5^\circ\text{C}$ ）至 1000ml，用 $\phi 8 \sim 10\text{mm}$ 玻璃棒激烈搅拌 10 分钟使之均匀即开始记录沉降时间，经半小时记下沉降层的体积以 ml 计，即为漂白粉的沉降率。

13. 各项指标试验结果允许偏差。

有效氯	$\pm 0.3\%$
有效氯与总氯量差	$\pm 0.5\%$
游离水含量	$\pm 0.5\%$

四、包装、标志、贮存和运输

14. 漂白粉应包装于清洁、干燥、牢固的铁桶（铁皮厚不低于 1.0mm）或木箱（板厚不低于 12mm，箱内衬三层防潮纸）中，封口必须严密，铁桶定量包装，木箱每箱净重 50 kg。根据产地情况及用户要求允许改换包装容器。

15. 桶或木箱上应牢固标明：生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、出厂检验日期、等级、净重及皮重。

16. 漂白粉应保存于干燥、洁净雨雪不能进入和通风良

好的仓库或罩棚内，并避免日光直射。

桶或箱的堆置下部应垫以枕木，如系铁桶允许堆置二层，如木箱允许堆置四层，每层边上的桶用楔子垫牢，各层铁桶之间应铺设木板，每行铁桶间留宽0.8~1.0米之通道，并使桶口向着通道。

17. 漂白粉不准与酸类物质，易燃、易爆物质，还原剂，食品，金属件及压缩气体的钢瓶放置在同一地点。

18. 如发现贮存的漂白粉有一桶（或箱）开始分解或自燃时，则应速将其移置于15米以外，并加以处理。

19. 载运漂白粉的车辆或船只应干燥、洁净，窗眼必须关闭。在装拆时防止碰撞和投掷。

20. 每批出厂的漂白粉都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、生产日期及出厂检验日期、件数重量、产品质量及本标准编号。

液 氯

(HG 1 - 31 - 64)

本标准适用于食盐水溶液电解生产之氯气，经液化而制得之液体氯。供造纸、纺织、农药、有机合成、金属冶炼等工业以及生活用水消毒之用。

一、技 术 条 件

1. 液体氯应符合下列指标之要求：

指 标 名 称	指 标
氯 (Cl_2) 含量% (按体积计) >	99.5
水分含量% (按重量计) <	0.06

二、检 验 规 则

2. 液体氯质量应由生产单位的技术监督部门进行检验。生产单位应保证所有出厂的液体氯全部符合本标准的要求，每批出厂的液体氯都应附有一定格式的质量证明书。

3 装于槽车的液体氯，从每个槽车取液体试样；以钢瓶包装的，从总瓶数的 2 % 瓶中取液体试样检验。

4. 当检验结果为不合格时，应重新加倍取样进行复验。如复验结果仍有一项指标不符合标准要求时，则整批

液氯按不合格品处理。

5. 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法检验所收到的液氯是否符合本标准的要求。

三、试验方法

6. 氯含量之测定。

(1) 试剂与溶液:

碘化钾, 20%溶液, 或硫代硫酸钠30%溶液;

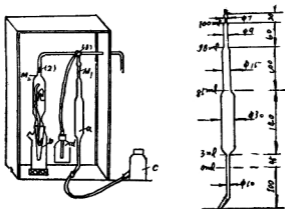
氯化钠, 饱和溶液;

氢氧化钠, 工业品30%溶液。

(2) 仪器:

气体测定器(如图)由下列部件组成: 三通活塞(1)

(2)、气体量管(a)容量100ml、上下部具有0.05分度、



液氯纯度测定示意图

吸收瓶 (b)、水准瓶 (c) 处理瓶 (d)。

(3) 测定手续：先将气体量管 (a) 内的封闭液 (饱和氯化钠溶液) 和吸收瓶 (b) (内装 20% 碘化钾或 30% 硫代硫酸钠溶液) 的液面分别调整至 M_1 和 M_2 ，扭转活塞 (1) 使氯先进入处理瓶 (d) (内装 30% 氢氧化钠溶液) 排净管路内空气后，再扭转活塞 (1) 使受试氯气进入气体量管 (a) 量取 100ml (准确至 0.05ml)。读取刻度时水准瓶 (c) 与量管 (a) 的液面调节至同一水平位置。然后，先扭转活塞 (1) 再扭活塞 (2) 使氯气进入吸收瓶 (b) 并上下移动水准瓶，使氯气被充分吸收后，将吸收液液面调整到 M_2 立即关闭活塞 (2)，再将水准瓶 (c) 液面与量管 (a) 内液面调至同一水平位置并读取残余气体的体积。重复操作数次，至残余气体的体积不变时为止。

氯含量 % X_1 (体积) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V - V_1}{V} \times 100$$

式中：V —— 试样体积 ml；

V_1 —— 残余气体体积 ml。

注：①吸收液每用 10~15 次则更换。

②量管内饱和氯化钠溶液应经氯气饱和后使用。

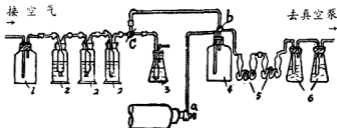
7. 水分含量之测定：

(1) 试剂与溶液：

硫酸比重 1.84，将 100~150ml 硫酸装入 250ml 三角瓶中，以每秒钟 3~4 个气泡的速度，将氯气经过硫酸通入瓶中，通氯时间为 15 分钟。然后再通入经硫酸干燥过的空气吹去硫酸中多余的氯气。

吸收液 1 升溶液中含 300g 氢氧化钠。

(2) 仪器：(如图) 由下列部件组成：钾球吸收器 2 个，带双管的 500ml 吸收瓶 2 个，1000ml 细口瓶(即缓冲器) 1 个，500ml 气体洗涤瓶 3 个，三通活塞等按图装置。



液氮水分测定装置图

- | | | |
|---------|---------|-------|
| 1—空气缓冲瓶 | 2—气体洗涤瓶 | 3—处理瓶 |
| 4—氮气缓冲瓶 | 5—钾球 | 6—吸收瓶 |

(3) 测定手续：按先后次序扭转钢瓶阀 (a) 活塞，(b)、(c) 使氯经过缓冲器至处理瓶 (3)，将缓冲器及管路内空气排除，然后扭转活塞 (b)，以每秒钟 5~6 个气泡的速度使氯气通过已知重量钾球 (5) (球内已装经氯处理过的硫酸 5~6 ml 称重准确至 0.002g) 和氯气吸收瓶 (6) (内装 300ml 吸收液并称重准确至 0.5g)。通氯时间为 1.5~2 小时，吸收瓶增加重量 40~60g。

通氯结束后，关闭钢瓶阀 (a)，扭转活塞 (b)、(c)，开动真空泵使空气经过三个各装 400 ml 浓硫酸的气体洗涤瓶 (2) 通过钾球，以排除钾球及吸收瓶内之多余氯气。然后用玻璃棒将钾球及吸收瓶两端进气管(借胶管之助)加以密

封，以免由空气中吸收水分，然后将钾球置于干燥器中，干燥30分钟再称其重量（准确到0.002g），并称吸收瓶重量（准确到0.5g）。钾球内的硫酸最好用2~3次便更换。

水含量% X_2 按下式计算：

$$X_2 = \frac{G_1}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——钾球吸收器增加之重量，g；

G ——带双管吸收瓶增加之重量，g。

8. 各项指标试验结果允许偏差：

氯含量 $\pm 0.1\%$

水分含量 $\pm 0.01\%$

四、包装、标志、贮存和运输

9. 液氯用特制的槽车和钢瓶装运，包装液氯的钢瓶在灌装均需经工厂钢瓶检查部门按劳动部、公安部、化学工业部联合颁布的“气瓶安全管理暂行规定”进行检查，合格后方可灌装。

10. 液氯包装标志。钢瓶：除按“气体安全管理暂行规定”中第二章第十四条和第四章第三十条的规定执行以外，生产厂还应用标签（或标牌）牢固地标明、生产厂名称、生产日期、批号、净重等。

槽车应有明显的“氯”、“有毒”槽车号码及容量(m^3)等字样。

11. 包装定量。液氯充装量为每公升不得大于1.25kg。

12. 液氯的运输及装卸按“气瓶安全管理暂行规定”第八章的具体规定执行。

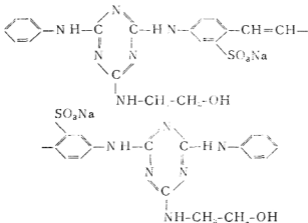
13. 每批出厂的液氯，都应附有一定格式的质量证明书。内容包括：生产厂名称、产品名称、批号（或槽车号码）、产品生产日期及出厂日期、产品质量、件数与重量以及本标准编号。

荧光增白剂VBL

(HG 2 - 382 - 66)

本标准适用于由二氨基芪二磺酸与三聚氯氰、苯胺、一乙醇胺等缩合而得的荧光增白剂VBL。其主要用途为漂白棉织物、印花织物和纸浆纤维的增白。

结构式:



实验式: $C_{80}H_{24}O_8N_4S_2Na_2$

分子量: 872.85 (按1961年国际原子量)

一、技术条件

1. 荧光增白剂 VBL 主要质量指标应符合表 1 规定:

表 1

指 标 名 称	指 标
外 观	淡黄色粉末
荧光增白强度, 分	为标准品的 100 ± 5
色 光	青光微紫
泛黄程度	与标准品近似
水分含量, %	< 5
不溶于水的杂质含量, %	< 0.5
细度 (通过100目/时筛的残余物含量), %	< 5

注: 以泛黄程度的最高白度 $> 0.3\%$ 为合格, 仅供核心机构复核标准样品时检验。

二、检 验 规 则

2. 荧光增白剂 VBL 应由生产厂的技术检验部门进行检验, 生产厂应保证所有出厂的荧光增白剂 VBL 都符合本标准的要求。每一批出厂的荧光增白剂 VBL 都应附有一定格式的质量证明书。

3. 使用单位有权按照本标准各项规定对所收到的荧光增白剂 VBL 的进行核验。核验其是否符合本标准的要求。

4. 取样方法

(1) 从每批中 (以均匀产品为一批) 选出10%的桶取样, 小批时不少于5桶。仔细清除桶盖上的尘垢, 防止杂质落入产品中。

(2) 用金属取样管按规定桶数自上伸入桶底取样。每次取10~15厘米高的样品。

5. 将取得的样品充分混匀，再从中取约 300 克，以等量分装入二个清洁干燥带磨口塞的棕色玻璃瓶中，以石蜡密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、批号和取样日期，送交检验部门进行检验。

6. 如检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自二倍量的包装中选取荧光增白剂 VBL 试样进行检验。重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批荧光增白剂 VBL 不能验收。

7. 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，仲裁机构可由双方协议选定。仲裁时应按照本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

三、检 验 方 法

8. 荧光增白强度和色光的鉴定（棉纱染色法）

（1）材料及药品

无水硫酸钠：工业品，10% 溶液。

42支双股半漂棉纱：称取42支双股半漂棉纱 4 束，每束 5 克，在蒸馏水中煮沸30分钟，取出，轻轻均匀挤出过多的水分，至含水率约为纤维重量的150%左右。

（2）染液的配制

0.02% 标准样品溶液：称取荧光增白剂 VBL 标准样品 0.2克（称准至0.0001克），放入150毫升烧杯中，加入已经煮沸过的80°C蒸馏水100毫升搅拌使之溶解。移入1000毫升容量瓶中，加新煮沸过的冷蒸馏水至刻度，摇匀备用。

0.02% 试样溶液：称取试样 0.2 克，按同样方法配制成溶液。

荧光增白剂 VBL 标准样品的染色浓度为 0.036%、0.04%、0.044%，试样的染色浓度为 0.04%。

在四个染缸中，按表 2 规定配成染液：

表 2

染 缸 编 号	一	二	三	四
0.02% 荧光增白剂 VBL 标准样品溶液，毫升	9	10	11	
0.02% 荧光增白剂 VBL 试样溶液，毫升				10
10% 无水硫酸钠溶液，毫升	25	25	25	25

浴比：1:30。

(3) 染色

染色前棉纱应作标志，然后顺序入染，每个染样入染的时间应保持一定的间隔。

开始冷染 10 分钟勤加翻动，在 10 分钟内升温至 $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，续染 30 分钟，每隔 3 ~ 5 分钟翻一次，翻动后的棉纱不应露出液面。

染毕仍按入染时的顺序取出，也必须保持入染时的时间间隔，用清水洗净后，悬挂于 $50 \sim 60^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干，干燥时间不应超过 1 小时。

将烘干纱样整理齐整，分别装于标明类别和不同浓度的样板上，评看荧光增白剂 VBL 的强度和色光，以紫外线灯测定为主，或在室内朝北蓝天光下目测比较之。

9. 最高白度及泛黄程度的鉴定。

(1) 染液的配制

0.1% 标准样品溶液：称取荧光增白剂 VBL 标准样品 0.5 克，溶于 500 毫升新煮沸过的蒸馏水中，摇匀备用。

0.1%试样溶液：称取萤光增白剂VBL试样0.5克，溶于500毫升新煮沸过的蒸馏水中，摇匀备用。

萤光增白剂VBL标准样品的染色浓度为0.3%、0.6%，试样的染色浓度为0.2%、0.25%、0.275%、0.3%、0.35%、0.4%、0.6%。

在九个染缸中按表3规定配成染液：

表3

染缸编号	一	二	三	四	五	六	七	八	九
0.1%萤光增白剂VBL标准样品溶液，毫升	15	30							
0.1%萤光增白剂VBL试样溶液，毫升			10	12.5	13.8	15	17.5	20	30
10%无水硫酸钠溶液，毫升	25	25	25	25	25	25	25	25	25

浴比：1:30。

(2) 鉴定

按本标准第8条的染色方法进行染色后，按下列规定目测比较之。

最高白度的鉴定：萤光增白剂VBL试样染色浓度（六号染缸）为0.3%的色光鲜明度与白度应高于试样三号、四号、五号为合格。亦即白度因萤光增白剂VBL用量增加而更白（试样七号、八号用以考核最高白度的顶点之用）。

泛黄程度的鉴定：试样染色浓度为0.3%（六号染缸）、0.6%（九号染缸）的色光应不比相同染色浓度的标准样品（染色浓度为0.3%（一号染缸）、0.6%（二号染缸））更黄为合格。

10. 水份的测定：

称取试样2~3克（标准至0.0002克），置于100~105°C

烘箱中，烘至恒重。

$$\text{水份含量}\% = \frac{\text{烘干后重量, 克}}{\text{试样重, 克}} \times 100$$

11. 不溶于水的杂质含量的测定:

称取试样1~3克(称准至0.0002克)置于1000毫升烧杯中,加入600毫升80~90°C蒸馏水,使之溶解并加热至沸,均匀搅拌静置5分钟,将溶液在已恒重的3号玻璃滤器过滤,滤渣用热水洗至无色,放入100~105°C烘箱内烘至恒重。

$$\text{不溶于水的杂质含量}\% = \frac{\text{烘干后滤渣重, 克}}{\text{试样重, 克}} \times 100$$

注:如系碱性染料,则应加入乙酸使之充分溶解。

12. 细度的测定:

称试样10克称准至0.05克于100目/吋的筛上振动过筛,然后用细毛小刷轻刷,直至放在筛下白纸上,在半分钟内无细粒落下时为止,将筛上的残余物放入已知重量的称瓶中称重。

$$\text{残余物含量}\% = \frac{\text{过筛后残余物重量(克)}}{\text{试样重(克)}} \times 100$$

四、包装、标志、贮存和运输

13. 荧光增白剂 VBL 用铁桶内衬塑料袋包装,每桶净重为25公斤或50公斤。

14. 每批包装好的成品,都应附有质量证明书,证明书内容包括:生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、出厂日期、产品净重、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

15. 包装容器上应涂刷牢固的标志,其内容包括:生产厂名称、产品名称、生产日期、批号、净重及“合格”字样。

16. 应贮存在阴凉干燥通风的仓库内，密闭保存，贮存期为二年。

▲ I、酸碱值的测定：

称取试样 1 克溶于 100 毫升蒸馏水中再吸取 10 毫升试液于试管中，加酚酞 2 滴应即变红色，另吸取 10 毫升试液于另一试管中加百里香酚酞 2 滴应不变蓝色或用自动电位滴定计测定 pH 值。

(VBL 牌号增白剂 0.2% 水溶液 pH 8 ~ 9)。

▲ I、荧光增白强度测定：(用紫外光及日光比较)

(1) 试液制备：精确称取试样 0.5 克，溶于 50 毫升蒸馏水中，同时搅拌加速溶解，若遇较难溶于冷水者，可适当加温（并记下全部溶解时温度），待全部溶解后，吸取澄清液做加白染色试验。

(2) 纸浆中施加增白剂小型试验：

甲、浆料质量要求：

(甲) 浆料原色白度越高越好，一般要求大于 82°（每次试验浆料白度不应相差太大）。

(乙) 不加填料，不施胶。

(丙) 浆料叩解质量：叩解度 35° 至 40° S.R。

乙、施加增白剂量（对绝干浆量计）：

原料浆板白度达 82° 以上者，试验时可按下列不同牌号加入：

VBL: 4—6/万 B: 6—8/万。

进口: 2—4/万

丙、施加方法及增白效果测定：称取 10 克绝干浆料，按量加入 1% 浓度的增白剂溶液，充分搅拌后，抄成两张纸样

(每张相当绝干 5 克)、烘干后,在紫外光下与标准纸样进行比较确定纸张白度,(若颜色难比时试样要涂上一层白蜡,才进行与标准纸样比较),同时可在日光下进行目测白度比较。

▲ Ⅱ. 耐酸试验:

量取 pH 值 3 ~ 4 的硫酸溶液 40 毫升,然后将加有增白剂的纸样(约 90 毫米²)浸入酸溶液中 20 分钟后取出,于 60 ~ 70 °C 烘干,再在紫外灯下与原样比较,视其纸张白度有无变化。

▲ 耐碱试验:

量取 pH 值 9 ~ 10 的氢氧化钠溶液 40 毫升,然后将加有增白剂的纸样(约 90 毫米²)浸入碱溶液中,20 分钟后取出,在 60 ~ 70 °C 烘干,然后在紫外灯下与原样比较,视其纸张白度有无变化。

注意事项:

1. 因标准白度纸样表面涂了一层白蜡,在紫外灯下,纸样透光,故进行比较时要与试验纸样平放,切不可重叠。
2. 纸张涂白蜡时要注意,白蜡刚熔化就涂布,若白蜡温度过高,会造成纸张变色。
3. 施加增白剂于浆料时,所用的一切仪器及干燥纸样的东西必须特别注意清洁或专用,以免影响纸张白度。

次 氯 酸 钠

上 海 企 标

本标准适用于苛性钠水溶液经氯化而得的次氯酸钠水溶液。

一、技 术 条 件

1. 外形：苍黄色液体。
2. 次氯酸钠应符合下列指标：
 - (1) 有效氯：不低于10%
 - (2) 氢氧化钠：0.5~1%
 - (3) 铁(Fe)含量：不多于0.2g/l

二、验 收 规 则

3. 从每批总坛数的5%坛中取样，小批不得少于3坛，自坛的中层取样，以取样器插至每一小坛中取得等量样品装入干燥洁净具磨口棕色瓶中充分混匀。

4. 所取平均样品总量不得少于1000ml，分装于二个干燥洁净的广口瓶中封闭严密，样瓶上粘贴标签，注明：制造厂名、产品名称、批号、坛号、取样日期及地点，取样人姓名。

5. 一瓶送交技术监督科检验，另一瓶封存五天以备仲裁分析之用，仲裁分析化验室由双方协议选定之。

三、试验方法

6. 样品溶液之制备:

称取次氯酸钠样液10g左右倒入250ml容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇动均匀。

7. 有效氯含量之测定:

将所制备之样品溶液,用移液管吸取25ml注入250ml烧杯中,用0.1N亚砷酸钠标准溶液滴定,以淀粉碘化钾作外指示剂,滴至不显蓝色为止。

$$\text{有效氯}\% = \frac{V \times N \times 0.03546 \times 100}{W \times \frac{25}{250}}$$

式中: V——滴定时所用0.1N亚砷酸钠的体积, ml;

N——亚砷酸钠标准溶液当量浓度;

W——样品重量 (g);

0.03546——1ml准确1N亚砷酸相当于有效氯的克数。

8. 氢氧化钠含量的测定:

用移液管吸取上述样品溶液25ml注入250ml烧杯中,加入3%过氧化氢破坏其有效氯,用淀粉碘化钾为指示剂,使不显蓝色为止,再加0.5%酚酞二滴,用0.1N HCl标准溶液滴定至不显红色为止。

$$\text{NaOH}\% = \frac{V \times N \times 0.04 \times 100}{W \times \frac{25}{250}}$$

式中: V——滴定时所用0.1N HCl溶液的体积, ml;

N——HCl标准溶液当量浓度;

W——样品重量 (g)；

0.04——1ml准确1N HCl相当于NaOH的量，g。

9. 铁含量的测定：

用移液管吸取次氯酸钠溶液10ml置于100ml容量瓶内，以蒸馏水稀释至刻度，摇匀（溶液A）。吸取25ml溶液A置于250ml烧杯内，以蒸馏水约25ml稀释之，加浓氨水25ml煮沸，直至氨气完全消失，冷却后加二滴酚酞，以0.1N HCl中和之，加1ml浓硝酸（比重1.42），加热煮沸2~3分钟，溶液冷却后，移置于100ml比色管（带磨口塞者）中，加0.5ml 20% H_2SO_4 ，0.5ml HNO_3 (1:1)，5ml 10%高硫酸铵溶液，10ml 15%硫氰酸铵溶液，以及10ml乙醚，摇匀。于另一同样的比色管中，注入蒸馏水10ml及与上述比色管中所加入的同量硝酸、高硫酸铵、硫氰酸铵和乙醚，用微量滴管滴入标准铁液，至两个比色管乙醚层的颜色相等，加蒸馏水稀释至刻度。比色前须将两管溶液进行振摇。

$$\text{铁含量 (g/l)} = \frac{0.00001 \times V}{10 \times \frac{25}{100}} \times 1000$$

V——用去标准铁溶液之体积，ml；

0.00001——每毫升内铁含量，g。

标准铁溶液：1ml溶液内含0.00001g铁。

四、包装及标志

10. 次氯酸钠溶液用陶瓷坛灌装，每坛25公斤，坛上标明：制造厂名、产品名称、坛号及批号、毛重及净重、制造日期，并粘贴合格证，标明：有效氯含量、检验员姓名，

日期。

五、储存及运输

11. 次氯酸钠宜储存于陶瓷坛中，应放在阴凉处，并避免长时期存放造成失效，运输时必须有显明的危险标识。

双氧水 (容量30%计)

上海企标

本标准适用于电解过硫酸铵法制得的双氧水, 其主要用途为: 高级漂白剂、氧化剂、杀菌防腐剂、高分子聚合催化剂、多种有机或无机合成的原料, 化学分析试剂, 稀有金属提取等, 高浓度双氧水为国防上动燃料组成之一:

分子式: H_2O_2

结构式: $H-O-O-H$

分子量: 34.02

一、技术条件

1. 外观: 透明无色 (或微绿色) 液体。
2. 30%双氧水应符合下列要求:

指 标 名 称	指 标
(1) 双氧水 (H_2O_2) 含量% \geq	30(容量计)
(2) 游离酸 (H_2SO_4 计) % $<$	0.04
(3) 硫酸根 (SO_4^{2-}) % $<$	0.1
(4) 不挥发物 % $<$	0.1
(5) 机械杂质 % $<$	0.1
(6) 色 泽	无色
(7) 稳 定 度	一年后 $\geq 20\%$ (含量)

注: ①本品在贮运或抽样时, 必须保持清洁, 能免除分解, 并在容器瓶盖上留有小孔, 防止爆炸。

②应放置于阴凉处, 避免日光直接照射, 不能与易燃物品混贮一起。

二、验收规则

3. 双氧水应由制造厂化验室，每批抽样化验，制造厂应保证所有生产和出厂的双氧水，都符合标准要求，每批出厂的双氧水，都应附有一定格式的质量证明书。

4. 用户有权按照第二、三条规定的验收规则和试验方法，检查所收到的双氧水的质量，核验其指标是否符合本标准的要求。

5. 每批的重量规定不超过2吨。

6. 取样方法：每批产品在各容器中抽取10ml。

7. 将样品装入清洁干燥的塑料瓶或磨砂口的玻璃瓶中，混合均匀，取样量不少于100ml，瓶上贴标签，注明：制造厂名称、产品名称、批号和取样日期，送交质量监督部门，进行试验。

8. 如果试验结果，有一项不合指标要求，应重新取样试验，重新试验结果，即使只有一项指标不合标准，整批过氧化氢不能验收。

三、试验方法

9. 双氧水（过氧化氢）含量的测定：

(1) 试剂和溶液

高锰酸钾 0.1N 标准溶液

硫酸 10%

(2) 测定手续：

用已校正过的吸管取样20ml，放入500ml容量瓶中，以蒸馏水稀释至刻度，摇匀。然后吸取10ml，放入三角烧瓶

中，加 10% H_2SO_4 20ml 及蒸馏水 70ml，以 0.1N KMnO_4 滴至微红色保持不变。

H_2O_2 含量% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{N \times V \times 0.01701}{V_1} \times 100$$

式中：N——高锰酸钾标准溶液的当量浓度；

V——用去高锰酸钾的毫升数；

V_1 ——原试样的毫升数；

0.01701——过氧化氢 (H_2O_2) 的毫克当量数。

10. 游离酸的测定：

(1) 试剂和溶液：

氢氧化钠 0.02N 标准溶液

甲基红指示剂 0.1%。

(2) 测定手续：

取样品 9ml，加入三角烧瓶中，加蒸馏水 90ml，再加 3 滴甲基红指示剂，以 0.02N NaOH 标准液滴定至黄色。用去的 0.02N NaOH 标准液不得超过 4ml，同时做一空白试验（即除去样品）以校正之。

11. 硫酸根的测定：

(1) 试剂和溶液

硫酸根标准液 1ml = 0.1mg SO_4^{2-}

盐酸 1N

氯化钡 10%

(3) 测定手续：

取 2ml 样品在水浴上蒸干，于残渣内加 0.5ml 1N HCl 及 10ml 热水，稀释为 100ml。取 20ml 移入比色管中，加 1ml

氯化钡溶液，摇匀静置10~20分钟，所产生混浊度不得深于标准。

标准中含有 0.4mg SO_4^{2-} ，与样品同体积，同时同样处理。

12. 不挥发物的测定：

取样品 18ml，置于称得恒重的蒸发皿内，在水浴上蒸干，并于 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘至恒重，残渣重量不得大于 20mg。

13. 机械杂质的测定：

取样品 18ml 于已称得恒重的 4 号沙心坩埚过滤，在 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘至恒重，杂质重量不得大于 20mg。

四、包装、标志、贮存和运输

14. 双氧水装于塑料衬里的铁桶或用木箱装好的玻璃瓶内运输，每桶或每箱上有“腐蚀”标签。

15. 每批包装好的成品，都应附有质量证明书，证明内容包括：制造厂名称、产品名称、产品等级、生产日期和出厂日期、产品净重或件数、产品质量符合本标准的要求证明。

16. 包装破碎后，用大量清水冲洗，并将附近的易燃物，迅速移去。

17. 不准倒置，不准和有机物和易燃物，安放在一起，如接触皮肤，立即用大量清水冲洗。

固体过氧化钠

本方法是过氧化钠在酸性溶液中用高锰酸钾溶液测定其含量。

一、取样及处理

称取0.5克试样（准确至0.0002克），逐次加进盛有100毫升蒸馏水，及5毫升浓硫酸混合的冷却溶液中，然后转移至250毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀备用。操作必须仔细，以防止活性氧的损失。

二、试剂及溶液

0.1N 高锰酸钾 (KMnO_4) 标准溶液；

5% 硫酸锰溶液 (MnSO_4) ；

浓硫酸（比重1.84）。

三、试验步骤及结果计算

吸取稀释液50毫升于250毫升锥形瓶中，加入3~4滴5% MnSO_4 溶液，混匀后，用0.1N KMnO_4 溶液滴定至呈玫瑰红色。

过氧化钠 (Na_2O_2) % (X) 按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.039}{G \times \frac{50}{250}} \times 100 = \frac{V \times N}{G} \times 19.5$$

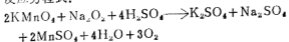
式中：V——滴定耗用0.1N KMnO₄溶液体积，毫升；

N——KMnO₄溶液当量浓度；

G——试样重，克；

0.039——与1毫升1N KMnO₄相当的Na₂O₂量，克。

反应方程式：



氯 酸 钠

本标准适用于工业用粉状氯酸钠纯度的测定：
NaClO₃的含量不低于99.5%

一、试剂及器皿

- 0.1 N KMnO₄标准溶液。
- 0.1 N 硫酸亚铁铵标准溶液。
- 电热板或自动调温万能电炉。

二、测定手续

精确称取 NaClO₃ 1.5~2.5 g 于200毫升的烧杯里，加50毫升蒸馏水溶解之，溶解后移至1000毫升的容量瓶中，再用少量水洗涤烧杯数次，洗液一并倒入容量瓶中，然后在容量瓶内加水稀释至刻度，充分摇匀。吸取稀释液20毫升置于250 ml 三角瓶中，加入50毫升 0.1N 硫酸亚铁铵溶液盖以表皿，在电热板上（或万能电炉）煮沸7分钟后，在流水下冷却，用 0.1 N KMnO₄ 标准溶液滴至恰现红色即为终点。并按同样手续作一空白试验。

NaClO₃ (%) 含量按下式计算：

$$\text{NaClO}_3\% = \frac{(V - V_1) \times N \times 0.0177}{G \times \frac{20}{1000}} \times 100$$

V——空白试验所耗 0.1 N KMnO₄ 毫升数，

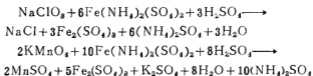
V_1 ——滴定试样所耗0.1 N KMnO_4 毫升数；

N—— KMnO_4 标准溶液的当量浓度；

G—— NaClO_3 试样重，克。

0.0177——与 1 毫升，1 N 高锰酸钾相当的 NaClO_3 量，克；

反应方程式：



硫代硫酸钠

(HG 1-210-65)

本标准适用于亚硫酸钠法、硫化钠法制得的硫代硫酸钠，以及由染料厂、化工厂、焦化厂等下脚料综合利用所得粗制硫代硫酸钠为原料，经浓缩、脱色、结晶制得的硫代硫酸钠。其主要用途为鞣革、漂染、照相等方面。

分子式： $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

分子量：248.2（按1961年国际原子量）

一、技术条件

1. 外观：无色透明单斜晶系结晶。
2. 硫代硫酸钠应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标	
	一 级	二 级
硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)含量, %	99	98
水分含量, %	35~36	
水不溶物, %	< 0.01	0.03
硫化物(以S计), %	< 无	无
铁(以 Fe_2O_3 计)含量, %	< 0.001	0.003
水溶液反应	符合本标准第15条之规定	
粒度	10粒以下/克	10~20粒/克

二、检验规则

3. 硫代硫酸钠应由生产厂的技术检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的硫代硫酸钠都符合本标准的要求。每一批出厂的硫代硫酸钠都应附有一定格式的质量证明书。

4. 使用单位有权按照本标准第5~16条规定的检验规则和检验方法，对所收到的硫代硫酸钠质量进行核验。核验其指标是否符合本标准的要求。

5. 每批重量规定不超过5吨。

6. 取样方法：每批应由20%的袋（或桶）内选取样品，小批时至少应由5袋（或桶）中取样，用取样器在袋（或桶）口的一边斜插至对边袋（或桶）深的3/4处选取试样20克左右（小批每件选取40克）。

7. 将选取的试样仔细混匀，以四分法缩分，再选取总量不少于500克的平均试样（小批时不少于200克），分别装入两只清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中，瓶上粘附标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号及取样日期，用蜡封闭瓶口，保存6个月以备仲裁分析用，另一瓶送交工厂试验室进行检验。

8. 如检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍数量的包装中选取硫代硫酸钠试样进行检验，重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准时，则整批硫代硫酸钠不能验收。

9. 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，仲裁机构可由双方协议选定。仲裁时应按照本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

三、检验方法

10. 硫代硫酸钠含量的测定

(1) 试剂和溶液

0.1 N 碘标准溶液；

0.5% 淀粉溶液；

1% 酚酞

40% 甲醛溶液；

醋酸—醋酸钠缓冲溶液；

(2) 测定手续：称取试样 10~12 克（称准至 0.0002 克），溶于新煮沸并冷却的不含二氧化碳的蒸馏水中，待完全溶解后移入 500 毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度，混匀。然后用移液管吸取 25 毫升溶液（相当于 0.5 克试样）于 300 毫升的碘瓶中，加入酚酞作指示剂和验证为中性的 40% 甲醛溶液 10 毫升，放置 5 分钟后滴加缓冲溶液以中和之，然后再加缓冲溶液 10 毫升，以淀粉为指示剂，用 0.1 N 的碘溶液滴定到呈现蓝色一分钟内不消失时为终点。酸化和滴定的时间不得超过 5 分钟。

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{N \cdot V \times 0.2482}{G} \times 100$$

式中：N——碘标准溶液的当量浓度；

V——滴定用去碘标准溶液的体积，毫升；

G——样品重量，克；

0.2482——每毫克当量 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 之克数。

11. 水份含量的测定。 略

12. 水不溶物含量的测定

测定手续：称取硫代硫酸钠平均试样20克（称准到0.01克），溶于150毫升蒸馏水中，溶解后用已知重量的4号玻璃过滤坩埚过滤不溶物，用热蒸馏水洗涤数次，直到滤液无硫代硫酸钠反应为止（用微量碘液检验不退色为止），然后在105~110°C烘干至恒重。

水不溶物含量% (X_3)按下式计算：

$$X_3 = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——水不溶物及过滤坩埚的重量，克；

G_2 ——过滤坩埚的重量，克；

G ——试样的重量，克。

13. 硫化物含量的测定略

14. 铁含量的测定

(1) 试剂和溶液

硫酸：比重1.84及20%溶液；

硝酸：比重1.42；

异戊醇：分析纯；

10%硫氰酸铵溶液；

(2) 铁标准溶液；1毫升溶液相当于0.00001克或0.01毫克 Fe_2O_3 （配好后当日使用）。

(3) 测定手续：称取硫代硫酸钠平均试样25克（称准到0.01克），溶于100~180毫升蒸馏水中，加入无铁硫酸（比重1.84）13~15毫升，加热至沸，再用小火加热赶尽全部二氧化硫为止，使溶液冷却，加入无铁硝酸（比重1.42）12~15毫升，再煮15~20分钟，使溶液透明，硫磺成块为止。

冷却后过滤，用热蒸馏水洗涤沉淀 4~5 次，将滤液及洗涤移入 250 毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，用移液管吸取上述溶液 10 毫升，注入 100 毫升具有磨口塞的比色管中，加入 10% 硫氰酸铵溶液 10 毫升、比重 1.42 无铁硝酸 0.5 毫升、20% 硫酸 0.5 毫升，用蒸馏水稀释至刻度后，再加入异戊醇 10 毫升，振摇混匀。

于另两支同样的比色管中，分别加入铁标准溶液 1 毫升和 3 毫升，各加蒸馏水 10 毫升，同样加入与试样等量的试剂与溶液，稀释至刻度后，加入异戊醇 10 毫升，振摇匀，比较三支比色管中醇层颜色，如果试样不比标准颜色深时，即认为产品符合本标准的一级品或二级品要求。

Fe_2O_3 含量% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times 0.00001 \times 250 \times 100}{10 \times G} = \frac{0.025 \times V \times 100}{G}$$

式中：V——测定用去铁标准溶液的体积，毫升；

G——试样的重量，克；

0.00001——每毫升铁标准溶液所相当 Fe_2O_3 的克数。

15. 水溶液反应

(1) 试剂和溶液

0.1 N 氢氧化钠标准溶液；

0.1 N 盐酸标准溶液；

1% 酚酞溶液；

(2) 测定手续：称取硫代硫酸钠试样 5 克（称准到 0.1 克），置于 300 毫升锥形瓶中，用新煮沸过的热水 50 毫升溶解，加酚酞指示液 2~3 滴，如果溶液无色，加 0.1 N 氢氧化钠溶液 0.05 毫升，须呈粉红色。如果加酚酞指示液后，

溶液已呈粉红色，则加0.1N盐酸0.05毫升，颜色须褪去。

16. 粒度的测定

测定手续：称取硫代硫酸钠试样10克（称准至0.1克），然后数粒数。

粒度（ X_s ）按下式计算：

$$X_s = \frac{M}{G}$$

式中：M——试样的总粒数；

G——试样的重量，克。

四、包装、标志、贮存和运输

17. 硫代硫酸钠用木桶或麻袋包装，内衬塑料袋、防潮纸袋或牛皮纸袋。每桶（袋）净重50公斤或25公斤。

18. 每桶（袋）内都应附有质量证明书，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、净重、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

19. 每包装件外均应有牢固刷有下列标志：产品名称、等级、批号、净重、生产日期。

20. 本产品贮存位置应遮光，容器放在干燥、阴凉处，密闭保存。

21. 运输中避免曝晒或雨淋。

硫酸铝

(HG 1-32-64)

本标准适用于以硫酸处理铝土矿或其他含铝原料制得的硫酸铝。其主要用途为：造纸用糊料，水净化用凝聚剂，染色用媒染剂，鞣革剂，泡沫式消防器材药剂以及木材防护和其它方面。

分子式： $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

分子量：342.14(以无水计)

一、技术条件

1. 硫酸铝应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标						
	精制硫酸铝				粗制硫酸铝		
	特级	甲级	乙级	丙级	甲级	乙级	丙级
氧化铝(Al_2O_3)含量% \geq	16.2	15.7	15.7	15.7	16.5	15.5	14.5
氧化铁(Fe_2O_3)含量% \leq	0.05	0.35	0.5	0.7	1.0	1.0	1.0
游离硫酸(H_2SO_4)含量% \leq	无	无	无	无	2	2	2
水不溶物含量% \leq	0.05	0.1	0.2	0.3	24	27	30
砷(As_2O_3)含量% \leq	—	—	—	—	0.01	0.01	0.01

注：①精制硫酸铝各级用于制造各级纸。当甲、乙、丙三级用水净化时，其中砷(As_2O_3)含量应不高于0.01%。

②硫酸铝粒度：全部通过10毫米筛孔筛，其中通过8毫米筛孔筛的细粒不得少于98%，但根据用户要求亦可制成块状品。

③精制硫酸铝的外观色泽：白色。

④粗制硫酸铝各级用于水的净化，用做水净化的硫酸铝不得用含有毒性物质的废酸制造。

二、检验规则

2. 硫酸铝应由生产厂的技术监督部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的硫酸铝都符合本标准的要求。每一批出厂的硫酸铝应附有一定格式的质量证明书。

3. 用户有权按照规定的检验规则和试验方法，检查所收到的硫酸铝质量，检验其指标是否符合本标准的要求，如果有一项不合指标要求，应重新自两倍量的包装中选取两倍量的试样进行检验。重新检验结果，即使只有一项指标不符合标准，整批硫酸铝不能验收，由此发生争论时，可由双方协议交仲裁化验室进行仲裁。

4. 试样由交付总袋数的10%选取，每隔10袋选取1袋，若总袋数少于50袋时，选取袋数亦不少于5袋。

5. 取样时应剥去麻袋表面150mm厚的硫酸铝，以清洁干燥的铝制取样管由中心取出试样200~300g。

6. 将选取的试样仔细混匀，以四分法缩分至约1kg，分装于两个清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中，若为块状品时，应将选取试样粉碎至20~30mm，以四分法缩分至约5kg，再粉碎至小于10mm，以四分法缩分至1kg，分装于两个清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中。在瓶上粘贴标签注明：生产厂名称、产品名称、批号、取样日期、取样地点及取样人。一瓶送生产厂化验室分析，一瓶密封保存（精制品三个月，粗制品一个半月）备仲裁分析用。仲裁分析化验室由双方协议选定。

三、试验方法

7. 氧化铝含量的测定

(1) 需用试剂和溶液:

过氧化氢, 3% 溶液。

氯化钡, 10% 溶液。

氢氧化钠 (或氢氧化钾), 0.5N 标准溶液。

1% 酚酞指示剂。

(2) 测定手续:

a. 精制硫酸铝

准确称取试样 20g (准确度 0.001g) 溶于约 100ml 水中, 加热溶解后, 冷却, 转入 500ml 容量瓶中, 稀释至刻度, 并混合均匀。

用移液管移取 25ml 溶液于 250~300ml 三角烧瓶中, 加入三滴过氧化氢溶液, 加水使成 100ml, 加热至沸腾, 加入煮沸的 10% 氯化钡溶液 15ml, 滴加酚酞指示剂 4 滴, 立即将该热混合液以 0.5N 氢氧化钠溶液滴定之, 至烧瓶内容物初现微粉红时已接近终点, 再逐滴加入 (约 2~3 滴) 至呈淡粉红色为终点。

氧化铝 (Al_2O_3) 含量% (X_1) 按下式计算。

$$X_1 = \frac{V \times 0.0085 \times 500 \times 100}{G \times 25} - X_2 \times 0.6384 + X_3$$

$$(\text{或} - X'_3 \times 0.347)$$

$$= \frac{17V}{G} - X_2 \times 0.6384 + X_3 (\text{或} X'_3 \times 0.347)$$

式中:

V——滴定用去0.5N氢氧化钠溶液的体积, ml;

G——称取硫酸铝试样的重量, g;

X₂——按第8条第(2)款a项或b项测定之氧化铁含量%,

0.0085——相当于1ml 0.5N 氢氧化钠溶液的氧化铝量, g;

0.6384——将Fe₂O₃换算为Al₂O₃之系数;

X₃——按第9条测定的盐基性Al₂O₃%;

X'₃——按第9条测定的游离H₂SO₄%;

0.347 ——将H₂SO₄换算为Al₂O₃之系数。

b. 粗制硫酸铝

准确称取试样20g (准确度0.001g), 于盖有表玻璃的500ml烧杯内, 加水约150ml, 加热煮沸15~20分钟, 使其全部溶液冷却后, 倒入500ml容量瓶中, 并稀释至刻度, 混合均匀, 经干燥滤纸过滤于干燥的烧杯或过滤瓶中(后者可用布氏漏斗抽气过滤), 最初之滤液约50ml弃去。

用移液管移取滤液25ml于250ml三角烧瓶中, 加入三滴过氧化氢溶液, 加水使成100ml, 加热达沸腾, 加煮沸之10%氯化钡溶液15ml, 加酚酞指示剂4滴, 立即将该热混合液以0.5N氢氧化钠溶液滴定之, 至烧瓶内容物初现微粉红色即已接近终点, 再逐滴加入(约2~3滴)至呈淡粉红色为终点。

氧化铝(Al₂O₃)含量%(X'₁)按下式计算:

$$\begin{aligned} X'_1 &= \frac{(V - V_1) \times 0.0085 \times 500 \times 100}{G \times 25} - X'_2 \times 0.6384 \\ &= \frac{17(V - V_1)}{G} - X'_2 \times 0.6384 \end{aligned}$$

式中：

V——滴定氧化铝、氧化铁、游离硫酸用去之0.5N氢氧化钠溶液体积，ml；

V_1 ——按第9条第(2)款b项滴定游离硫酸用去之0.5N氢氧化钠溶液体积，ml；

G——称取硫酸铝试样的重量，g；

0.0085——相当于1ml0.5N氢氧化钠溶液的氧化铝量，g；

0.6384——将 Fe_2O_3 换算为 Al_2O_3 之系数；

X'_2 ——按第8条第(2)款b项测定的氧化铁含量%。

8. 氧化铁含量的测定

(1) 需用试剂和溶液：

a. 精制硫酸铝特级品

硫氰化铵，15%溶液。

硝酸，一级品，比重1.2。

硫酸，20%溶液。

异戊醇，二级品。

铁铵矾标准溶液，1ml该溶液相当于 Fe_2O_3 0.00001g(此稀溶液应于比色前新配制)。

b. 粗制硫酸铝及精制硫酸铝甲、乙、丙级品。

盐酸，比重1.19；

10%二氯化锡溶液保存于褐色滴瓶中。

7%氯化汞冷饱和溶液。

硫酸一磷酸混酸溶液。

1%二苯胺指示剂。

重铬酸钾，0.05N标准溶液。

(2) 测定手续：

a. 精制硫酸铝特级品

用微量刻度移液管移取第7条第(2)款a项溶液0.5ml, 于50ml带塞比色管中, 加入约20ml水, 比重1.2硝酸0.5ml, 20%硫酸0.5ml, 15%硫氰化铵溶液10ml及异戊醇10ml, 充分混合。

于另一同样带塞比色管中, 加入同量的水, 硝酸、硫酸、硫氰化铵溶液, 异戊醇, 并由5ml微量滴定管(刻度为0.01ml)加入铁铵矾标准溶液, 至两比色管中醇层颜色相同时为止, 每次颜色比较时, 应于溶液振荡混合后进行, 加水保持两比色管容积相等。

氧化铁 (Fe_2O_3) 含量% (X_2) 按下式计算:

$$X_2 = \frac{V \times 0.00001 \times 500 \times 100}{G \times 0.5} = \frac{V}{G}$$

式中:

V——铁铵矾标准溶液消耗体积, ml;

G——第7条a项测定称取试样量, g;

0.00001——1ml铁铵矾溶液相当氧化铁量, g。

b. 粗制硫酸铝及精制硫酸铝甲、乙、丙级品。

移取第7条第(2)款a项或b项的溶液50ml于500ml三角烧杯中, 加盐酸4ml, 加热至沸, 滴加二氯化锡溶液至溶液完全褪色(过剩不许超过一滴)为止, 加100ml冷水, 迅速冷却, 冷却后加氯化汞饱和溶液5ml, 搅匀, 静止1~2分钟再加混酸溶液20ml及二苯胺指示剂1滴, 用0.05N重铬酸钾溶液滴定至呈紫色在1分钟不消失为终点。

氧化铁 (Fe_2O_3) 含量% (X'_2) 按下式计算:

$$X'_2 = \frac{V \times 0.0039925 \times 500 \times 100}{G \times 50} = \frac{3.9925V}{G}$$

式中：

V——滴定用去0.05N重铬酸钾溶液体积，ml；

G——第7条a项或b项测定称取试样量，g；

0.0039925——相当于1ml0.05N重铬酸钾溶液的氧化铁量，g。

9. 盐基度或酸度含量的测定

(1) 需用试剂和液液：

a. 精制硫酸铝；

0.2N氢氧化钾标准溶液。

0.2N硫酸标准溶液。

1%酚酞指示剂。

氟化钾溶液。

b. 粗制硫酸铝；

0.1%橙素IV溶液。

0.5N氢氧化钠标准溶液。

(2) 测定手续：

a. 精制硫酸铝：

移取第7条第(2)款a项溶液25ml于250ml三角烧瓶中，加入0.2N硫酸液10ml，氟化钾溶液10ml及酚酞指示剂4滴，用0.2N氢氧化钾溶液逐滴滴定，至能保持半分钟之红色为终点。

同时，用约25ml蒸馏水及同量硫酸、氟化钾溶液、酚酞指示剂作空白试验。盐基度（以 Al_2O_3 计）含量% (X_2) 或酸度（以 H_2SO_4 计）含量% (X'_2) 按下式计算：

$$X_s = \frac{(V_1 - V) \times 0.0034 \times 500 \times 100}{G \times 25} = \frac{6.8(V_1 - V)}{G}$$

$$X'_s = \frac{(V - V_1) \times 0.0098 \times 500 \times 100}{G \times 25} = \frac{19.6(V - V_1)}{G}$$

式中：

V_1 ——空白试验用去0.2N氢氧化钾溶液体积，ml；

V ——滴定试样用去0.2N氢氧化钾溶液体积，ml；

0.0034——相当于1ml0.2N氢氧化钾溶液的氧化铝量，g；

0.0098——相当于1ml0.2N氢氧化钾溶液的硫酸量，g；

G ——第7条第(2)款a项称取的试样量，g。

b. 粗制硫酸铝

移取第7条第(2)款b项溶液25ml于100ml三角烧瓶中，加一滴橙素Ⅳ溶液，以0.5N氢氧化钠溶液滴定至呈明显之黄色为终点。

游离酸（以 H_2SO_4 计）含量% (X''_s)按下式计算：

$$X''_s = \frac{V \times 0.0245 \times 500 \times 100}{G \times 25} = \frac{49V}{G}$$

式中：

V ——滴定用去0.5N氢氧化钾溶液体积，ml；

G ——第7条第(2)款b项称取的试样量，g；

0.0245——相当于1ml0.6N氢氧化钠溶液的硫酸量，g。

10. 水不溶物含量的测定

(1) 精制硫酸铝准确称取试样20g（准确度0.001g），溶于100ml热水中，俟完全溶解后，趁热用已恒重之古氏坩埚过滤，用热水洗涤至不含 SO_4^{2-} （以氯化钡溶液检查）为止，在105~110°C烘至恒量。

水不溶物量 (X_4) 按下式计算:

$$X_4 = \frac{A \times 100}{G}$$

式中:

A——不溶物重量, g;

G——称取试样的重量, g。

(2) 粗制硫酸铝

准确称取试样 $2\text{g} \pm 0.2\text{g}$ (准确度 0.0002g) 于 100ml 烧杯中, 加入约 50ml 热水, 加热溶解后, 用致密定量滤纸过滤, 以热水洗涤, 至无 SO_4^{2-} (以氯化钡溶液检查) 将滤纸及不溶物干燥后, 放入已恒重的磁坩埚中, 在电炉上焚去滤纸, 于 $950 \sim 1000^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重。

不溶物含量% (X'_4) 按下式计算:

$$X'_4 = \frac{A \times 100}{G}$$

式中:

A——灼烧后残留物重量, g;

G——称取试样的重量, g。

11. 砷 (As_2O_3) 含量的测定: 略

四、包装、标志、贮存和运输

12. 硫酸铝外用单层麻袋内衬两层包装纸袋包装。精制硫酸铝征得用户同意, 亦可散装, 但在装卸及运输过程, 应避免尘埃及其他杂质掺入。在用蓬车或船舶运输时, 应注意防止吸潮。

13. 每批包装好的成品, 都应附有质量证明书, 证明书

内容包括：

生产厂名称、产品名称、产品等级、批号、生产和出厂日期、产品净重或件数、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

14. 硫酸铝应以统一颜色在麻袋上标明：名称、生产厂名、净重及注册商标。

15. 硫酸铝应储于清洁干燥的库房内。储存保险期，精制硫酸铝规定为 3 个月，粗制硫酸铝因含游离酸吸潮后发热，储存保险期为 1 个半月。

磷酸三钠

(HG 1-322-66)

本标准适用于以纯碱、烧碱中和萃取磷酸，经浓缩、结晶而制成的工业磷酸三钠。

分子式： $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

分子量：380.14（按1961年国际原子量）

一、技术条件

1. 外观：为白色或无色细粒状结晶。
2. 磷酸三钠应符合下列要求：

指 标 名 称		一 级	二 级
磷酸三钠含量，%	>	98	95
硫酸盐含量（以 SO_4^{2-} 计），%	≤	0.5	0.8
氯化物含量（以 Cl^- 计），%	≤	0.3	0.5
水不溶物含量，%	≤	0.1	0.1

二、检验规则

3. 磷酸三钠由生产厂的技术监督部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的磷酸三钠都符合本标准的要求，每一批出厂的磷酸三钠都应附有一定格式的质量证明书。

4. 使用单位有权按照本标准第5~12条规定的检验规

则和检验方法对所收到的磷酸三钠的质量进行检验，核验其指标是否符合本标准的要求。

5. 每批产品的重量规定不得超过50吨。

6. 取样方法：自每批磷酸三钠总袋数的10%中选取试样，小批取样不得少于10袋。用探针从袋口垂直地插入袋深3/4处取出试样。100公斤袋，每袋所取试样不应少于200克；50公斤袋，每袋所取试样不应少于100克。

7. 将每批选取的试样仔细混匀，用四分法缩分至1公斤后，立即分装于两个清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号、取样日期及地点，一瓶由化验室进行检验，一瓶密封保存二个月，以备查用。

8. 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自二倍量的包装中选取磷酸三钠试样进行检验，重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批磷酸三钠不能验收。

三、检验方法

9. 磷酸三钠含量的测定

(1) 试剂和溶液

盐酸，6 N溶液。

柠檬酸铵溶液(1:1)。

1%酚酞指示液。

氨水，10%及2.5%溶液。

镁铵混合剂。

硝酸银，1%溶液。

(2) 测定手续

用分析天平称取磷酸三钠试样 5 克 (称准至 0.001 克), 置于 250 毫升烧杯中, 加入 10 毫升 6 N 盐酸溶液及少量水, 加热使其全部溶解后, 冷至室温, 移入 250 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度并摇匀。以干滤纸、干漏斗过滤, 最初二次滤液弃去。吸取滤液 25 毫升, 注入 250 毫升烧杯中, 加水 20 毫升、柠檬酸铵溶液 2 毫升及酚酞指示液 2 滴, 用 10% 氨水中和至呈微红色, 在不断搅拌下以每秒 1 滴的速度滴加镁铵混合剂 30 毫升和 10% 氨水 20 毫升, 搅拌 30 分钟后静置 30 分钟 (或搅拌 5 分钟后静置 4~16 小时), 以紧密定量滤纸过滤。每次用 15 毫升 2.5% 氨水浸洗沉淀 3 次, 用 2.5% 氨水洗涤滤纸上的沉淀至滤液不含氯离子 (将少量滤液用硝酸酸化后, 以硝酸银溶液检验), 然后移沉淀于滤纸上, 用橡皮擦擦下烧杯内壁的全部沉淀, 并继续用 2.5% 氨水洗涤滤纸上的沉淀至滤液不含氯离子。洗液的总量约 200 毫升。

将带有沉淀的滤纸移入已灼烧至恒重的瓷坩埚中, 烘干后在电炉上缓缓灰化完全, 移入马弗炉中, 于 950~1000°C 下灼烧沉淀至白色, 取出坩埚在空气中冷却至微热, 再置于干燥器中冷却至室温, 称重, 并重复灼烧直至恒重。

磷酸三钠含量% (X_1) 按下式计算:

$$X_1 = \frac{W \times 3.415}{G \times \frac{25}{250}} \times 100$$

式中: W ——焦磷酸镁沉淀的重量, 克;

G ——试样重量, 克;

3.415——焦磷酸镁换算成磷酸三钠的系数。

10. 硫酸盐含量的测定

(1) 试剂和溶液

甲基橙0.1%溶液。

盐酸0.1N及6N溶液。

氯化钡2%溶液。

硝酸银1%溶液。

(2) 测定手续

用分析天平称取磷酸三钠试样20克（称准至0.004克），置于300毫升烧杯中，加入少量水，加热使其全部溶解，冷至室温后移入250毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，以干滤纸、干漏斗过滤，最初二次滤液弃去。吸取滤液100毫升（其余滤液保存，以备氯化物含量测定之用），注入400毫升烧杯中，加入甲基橙指示液2滴，用6N盐酸溶液滴加至溶液呈红色后再过量7毫升，稀释至350毫升。加热至沸，在不断搅拌下滴加加热的2%氯化钡溶液30毫升，在80~90°C的水浴中保温1~2小时（或静置过夜），以紧密定量滤纸过滤。移沉淀于滤纸上，用0.1N盐酸溶液洗涤沉淀3次，然后以橡皮擦擦下烧杯内壁的全部沉淀，再用热水洗涤沉淀至滤液不含氯离子（将少量滤液用硝酸酸化后，以硝酸银溶液检验）。

将带有沉淀的滤纸移入已灼烧至恒重的瓷坩埚中，烘干后在电炉上缓缓灰化完全，移入马弗炉中，于800°C下灼烧20~30分钟后，取出坩埚在空气中冷却至微热，再置于干燥器中冷却至室温称重，重复灼烧直至恒重。

硫酸盐含量% (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{W \times 0.4116}{G \times \frac{100}{250}} \times 100$$

式中：W——沉淀重量，克；

G——试样重量，克；

0.4116——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

11. 氯化物含量的测定

(1) 试剂和溶液

硝酸 1% 及 6 N 溶液。

硝酸银 2% 溶液。

盐酸 6 N 溶液。

(2) 测定手续

吸取测定硫酸盐的试样余液 100 毫升，置于 300 毫升烧杯中，加 100 毫升水和 20 毫升 6 N 硝酸溶液，煮沸后，在不断搅拌下加入 50 毫升 2% 硝酸银溶液，加热至沸，在暗处保温（100°C 左右）1~1.5 小时后，用已恒重的 4 号玻璃坩埚过滤，沉淀先用 1% 硝酸溶液洗涤 2~3 次，再用水洗至无银离子（用 6 N 盐酸溶液检验滤液）。将带有沉淀的 4 号玻璃坩埚置于烘箱中，于 130°C 烘 2 小时取出，置于干燥器中冷却至室温，称至恒重。

氯化物含量% (X_3) 按下式计算：

$$X_3 = \frac{W \times 0.2474}{G \times \frac{100}{250}} \times 100$$

式中：W——沉淀重量，克；

G——测定硫酸盐的试样重量，克；

0.2474——氯化银换算为氯离子的系数。

12. 水不溶物含量的测定

称取磷酸三钠试样50克（称准至0.01克），置于500毫升烧杯中，加水约400毫升，在水浴上加热1~2小时，趁热用已恒重的3号玻璃坩埚过滤，用100毫升热水分数次洗涤残渣，将其置于105~110°C下烘干，放置干燥器中冷却至室温，称至恒重。

水不溶物含量% (X_4)按下式计算：

$$X_4 = \frac{W}{G} \times 100$$

式中：W——残渣重量，克；

G——试样重量，克。

四、包装、标志、贮存和运输

13. 磷酸三钠包装于内衬2~3层牛皮纸或内衬塑料袋的麻袋中，每袋净重为50或100公斤。

14 包装袋上应附有标志，注明：生产厂名称、产品名称、等级、产品净重、批号、生产日期和本标准编号（外销的磷酸三钠包装上的标志按国家出口标准规定办理）。

15. 磷酸三钠应贮存在通风干燥处，运输和贮存中要避免受热和受潮。

工业用固体三氯化铁

部 标 准 (草案)

本标准适用于废铁屑与氯气直接作用而制得之无水三氯化铁。其主要用途为：净水、处理肥皂废液，消毒、印刷制版，以得到制造染料颜料等作为氧化剂和制造其它铁盐等。

分子式 FeCl_3 分子量162.21

一、技术条件

1. 外观：具有金属光泽、黑色鳞片或块状物，有强烈的吸水性，在空气中易潮解。

2. 固体三氯化铁应符合下列要求

指 标 名 称	指 标	
	一 级 品	二 级 品
三氯化铁(FeCl_3) 含量% >	95	90
二氯化铁(FeCl_2) 含量% <=	2.5	4
水不溶物 含量% <=	2	4
游离酸(HCl) 含量% <=	0.15	0.15

二、验收规则：

3. 固体三氯化铁成品，应由制造单位技术监督部门进行验收，质量应符合本标准要求，每批出厂产品、应附有质量合格证明书。

4. 用户有权按本标准规定的技术条件，验收规则和试验方法，检查所收到之三氯化铁的质量。

5. 每批产品不得超过10吨。

取样方法：以每批发付铁桶数中，选取5%以备取样，小批时亦不得少于2桶。把桶盖启开、用磁调匙拨开每桶上层（约15公分）迅速取出等量试样。注意取样后，桶盖必须严密封闭，防止受潮。

6. 迅速将取得试样贮于密闭容器中、并充分混合均匀，取出总量不得少于1公斤之平均试样。装于2只清洁干燥带磨口之广口瓶中、贴上标签、注明制造厂名称，生产日期、批号、取样日期、瓶口加封后，送交厂部技术监督科进行试验，其中一瓶作分析试验用。另一瓶必须保存两月以上，以备复验分析之用。

7. 如分析结果有一项不符合指标要求，应从新自两倍量的包装中，选取两倍量试样进行检验，重新检验的结果，即使有一项指标不合标准，整批三氯化铁不能验收。

三、试验方法：

8. 水不溶物的测定

称取样品10克（准确至0.0002克）置于烧杯中，以50毫升蒸馏水溶解。用已知重量的1G4玻璃滤器过滤，用水洗涤至无氯根反应为止。（滤液倾入500毫升容量瓶中，并稀释至刻度。滤液保留备以下各项测定使用。将1G4玻璃滤器放入105~110°C烘箱中干燥至恒重。

水不溶物含% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

式中： G_2 ——滤器和水不溶物之重量，克；

G_1 ——滤器重量，克；

G ——样品重量，克。

9. 三氯化铁含量的测定

(1) 试剂及溶液

6 N 硫酸溶液。

10% 碘化钾溶液。

0.5% 淀粉指示剂。

0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液。

(2) 测定手续：

吸取上项测定水不溶物之滤液 50 毫升置于 250 毫升带磨塞之三角瓶内，加 20 毫升 10% 碘化钾及 20 毫升 6 N 硫酸在暗处放置 30 分钟，加水稀释至 150 毫升，用 0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液滴至淡黄色，加 1 毫升淀粉指示剂继续滴定至兰色消失为止。另按同样手续作空白试验。

三氯化铁含量% (X_2) 按下式计算

$$X_2 = \frac{(V_1 - V) \times N \times 0.1622}{G \times \frac{50}{500}} \times 100 = \frac{(V_1 - V) N \times 162.2}{G}$$

式中： V_1 ——滴定时用去 0.1 N 硫代硫酸钠标准溶液，毫升。

V ——空白用 0.1 N 硫代硫酸钠标准液，毫升。

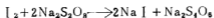
N ——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度

G ——试样重，克。

0.1622——与 1 毫升 1 N 硫代硫酸钠溶液相当的三氯化铁

量，克。

反应式：



10. 二氯化铁含量测定

(1) 试剂及溶液

0.1N高锰酸钾标准溶液。

比重1.7磷酸。

6 N磷酸。

齐墨曼——恩哈特溶液。

(2) 测定方法：

取测定水不溶物之滤液50毫升置250毫升三角瓶中，加10毫升6 N磷酸，20毫升齐墨曼——恩哈特溶液，2毫升磷酸，用0.1N高锰酸钾标准溶液滴定至微红色在一分钟内不褪色为止。

二氯化铁含量% (X_a) 按下式计算

$$X_a = \frac{V \times N \times 0.1267}{G \times \frac{50}{500}} \times 100$$

式中：V——滴定时用去0.1N高锰酸钾，标准溶液体积，毫升。

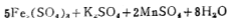
N——高锰酸钾标准溶液当量浓度

0.1267——与1毫升1 N高锰酸钾相当的二氯化铁量，克

G——试样重，克

反应式：





11. 游离酸含量测定:

(1) 试剂及溶液

0.5N盐酸。

0.1N氢氧化钠标准溶液。

95%乙醇溶液。

1%酚酞指示剂。

固体氯化钠。

固体氯化钠。

(2) 测定方法:

称取6克氯化钠置于300毫升三角瓶中，用100毫升水溶解，滴入3滴酚酞指示剂，以0.5N盐酸中和至呈中性，然后加入50毫升测定水不溶物之滤液，在50°C下加热5分钟，然后冷却至20°C加入30毫升95%乙醇溶液和10克氯化钠。立即生成铁冰晶石($\text{Na}_8(\text{FeF}_6)$)的白色沉淀，将沉淀过滤后，用0.1N氢氧化钠溶液滴定至现微红色为止。

游离酸含量(以HCl计)% (X_4)按下式计算

$$X_4 = \frac{NV \times 0.0365}{G \times \frac{50}{250}} \times 100$$

式中: N——氢氧化钠标准溶液的当量浓度;

V——氢氧化钠溶液的毫升数;

G——试样重, 克

0.0365——与1毫升1NNaOH相当的盐酸量, 克。

四、包装、标志、贮存及运输

12. 固体三氯化铁用铁桶包装, 每桶净重100公斤, 包装

容器必须严密封闭防止水湿受潮，并贮存于阴凉干燥仓库，运输时避免撞击，雨淋、损坏容器。

13. 每批出厂的三氯化铁，都附有质量合格证明书，证明书的内容包括：制造厂名称，产品名称，生产日期，净重，以及符合产品质量标准证明书和号码。

海 盐

(QB 344-64)

一、技术 要 求

1. 海盐的感官指标应符合表 1 的规定。

表 1

指 标 名 称	规 定
1. 色 泽	白色或暗白色。
2. 滋味和气味	味咸、无臭。

2. 海盐的化学指标应符合表 2 的规定 (湿基) %。

表 2

指 标 名 称	规 定			
	优 级	一 级	二 级	三 级
1. 氯化钠不少于	93.00	90.00	85.00	80.00
2. 水不溶物不多于	0.40	0.50	0.65	1.00
3. 水溶性杂质不多于	1.60	2.50	4.35	5.20
4. 水分不多于	5.00	7.00	10.00	13.80

注：检验结果，如出现各项指标不完全符合某一等级的规定时，其盐的等级根据氯化钠含量并参酌水不溶物和水溶性杂质的含量确定。具体规定如下：

①氯化钠含量符合优级的规定，如水不溶物和水溶性杂质二项中，一项符合优级，一项符合一级的规定，仍做为优级

盐；如二项中一项符合优级，一项符合二级的规定，或二项均符合一级的规定，则做为一级。

②氯化钠含量符合一级的规定，如水不溶物和水溶性杂质二项中有一项符合一级，一项符合二级的规定，仍做为一级盐；如二项中一项符合一级、一项符合三级的规定，或二项均符合二级的规定，则做为二级盐。

③氯化钠含量符合二级的规定，如水不溶物和水溶性杂质二项中有一项符合二级，一项符合三级的规定，仍做为二级盐；如二项均符合三级的规定，则做为三级盐。

④如水不溶物或水溶性杂质含量超过最低级的规定，则不论氯化钠含量高低，均做为不合格。

二、试验方法

3. 按照QB348—63的规定进行。

平均样品的采取，在收货方验收时，按照QB348—63的规定；生产企业产品检验采样，可按本企业产品检验制度的规定进行。

三、验收规则

4. 交货方式和交货地点，由生产、使用双方商定。

5. 每批盐交货时，应附生产场的检验合格证，证上标明：

(1) 生产场名；(2) 产品名称；(3) 发货批号；(4) 本批数量；(5) 出场日期；(6) 本标准号；(7) 产品等级。

6. 收货方按照双方共同商定的交货方式和交货地点进行验收，除检查包装运具情况、验明数量外，如对收到的盐的质量有怀疑时，应按照QB348—63规定的取样方法及试验

方法采取平均样品进行复验。

7. 复验结果不符合标准或检验合格证上所载明的产品等级时，应在一个月内向交货方提出书面意见。双方互不承认对方的检验结果时，应由双方作平行试验解决，如需仲裁检验，由双方共同提交轻工业部制盐科学研究所，该所按照本标准所作的判定，即为最后的裁决。仲裁检验费用由负方负担。

出口盐以商品检验局的检验结果为最后的裁决。

四、标志、包装、运输和保管

8. 海盐分袋装及散装两种，运输时应在车、船上附有标志、注明产品名称、生产场名、出场时间、运往地点、本标准号。

9. 在运输和保管中，必须防止雨淋、受潮、漏撒及其他杂质混入，运输应使用有篷而洁净的运输工具，无篷时应苫盖严密。禁止与易使盐质污染的货物混装。保管处所必须清洁干燥，露天堆存须妥善苫封。食用盐要防止与带有异臭、有色、有毒的物品接触。

10. 产品出场后，由于运输保管不善，使盐质受影响时，应由有关方面负责。

井 盐

(QB 345-63)

一、技 术 要 求

1. 感官指标:

指 标 名 称	规 定
1. 色 泽	除巴盐,可为灰白色外,其余均为白色
2. 滋味和气味	具有咸味不带臭味

2. 化学指标:

指 标 名 称	规 定 (湿基%)		
	一 等	二 等	三 等
1. 氯化钠不少于	94.00	92.60	90.00
2. 水分不多于	3.00	4.00	5.50
3. 水不溶物不多于	0.30	0.50	0.50
4. 可溶性杂质不多于	2.70	3.50	4.00

注: (1) 检验结果, 如出现各项指标不完全符合某一等级的规定时, 其等级根据氯化钠含量并参酌水不溶物及可溶物两类杂质的实际含量确定。具体规定如下:

A、氯化钠含量符合一等盐的规定, 如水不溶物及可溶物二者有一项符合一等盐的规定, 一项符合二等盐的规定, 仍做为一等盐; 如二者一项符合一等盐的规定, 一项符合三等盐的规定或二者均符合二等盐的规定, 则做为二等盐。

B、氯化钠含量符合二等盐的规定，如水不溶物及可溶物二者，一项符合二等盐的规定，一项符合三等盐的规定，仍做为二等盐。

C、如水不溶物或可溶物含量超过最低等级的规定，则不论氯化钠含量高低，均做为不合格。

(2) 使用含氯化钡的卤水生产的盐，其氯化钡含量不得超过0.002%。

二、验收规则和检验方法

3. 每批盐发出时应附生产场的检验合格证。证上注明生产场名、批号、品名、数量、检验结果、签发单位签章、日期。

4. 收货单位如对收到的盐的品质有疑问时，可按照QB348—63规定的取样方法和检验方法，采取平均盐样，进行检验。

5. 双方检验结果不同，发生争议时，由双方协商解决，如需仲裁检验时，检验单位由双方共同委托之。

三、包装、标志、运输、保管

6. 细粒盐用麻袋蔑包包装，块状盐用蔑筋包装或不包装。运输时在车、船上附有标志，注明产品名称、生产场名、出场时间、运往地点。

7. 运输和保管过程中，必须防止雨淋受潮，漏撒以及其他杂质混入，因此运输工具及保管处所必须清洁、干燥、妥善贴封。食用盐要防止与带异味、有色泽及有毒物品接触。

食盐检验方法

(QB 348-63)

本标准适用于海盐、湖盐、井盐、矿盐的检验。

一、取 样

1. 袋装盐：在100袋以下者，抽检件数为总件数的10%；101~500袋者增加部分抽检2%；500件以上者，增加部分抽检1%。每隔相当件数取样一件，每件用取样器（探子）插入纵深 $\frac{2}{3}$ 处，取样200克。在样品不受污染的条件下，将取出的样品全部混合，用四分法缩取至约1.0公斤。

2. 散装盐：车运者，每车从六个不同部位取样，每个部位取样约0.5公斤；船运者，在卸船开始、卸出 $\frac{1}{4}$ 、卸出 $\frac{3}{4}$ 时分三次取样，每次在10个不同部位取样，每个部位取样约0.5公斤。亦可按照袋装盐取样数量的规定，在输送过程中每隔一定数量抽取样品约0.5公斤。在盐质不受污染的条件下，将所取样品全部混合，用四分法缩取至约1公斤。

3. 块状盐：如井盐区的巴盐，云南的筒盐和坩盐，可任取中等大小的盐块不少于5块，在盐质不受污染的条件下，或将盐块捣碎，先捣碎至颗粒不大于10毫米，用四分法缩取10公斤，再将此10公斤捣碎至颗粒不大于5毫米，用四分法缩取到1公斤。或将盐块用锯锯开，取锯屑1公斤。

各种盐样品缩取至约 1 公斤后，平均分装两个清洁、干燥的玻璃瓶中，并用蜡密封，每瓶粘贴标签标明产品名称、生产厂名、批号、全批重量（袋装者并标明件数）取样日期及地点、运货单号码、取样人姓名。一瓶由收货单位检验，一瓶交生产场（厂）保存，各作必要时仲裁检验用。

3. 保存样品期限为三个月。

二、检 验 方 法

4. 检验用样品的制备：取平均样品 200~300 克，置于磁乳钵中迅速研细，混合均匀，严密保存于具有磨口塞的玻璃瓶中。

5. 水分测定：

取矮称瓶（直径约 5 厘米，高约 3 厘米），于烘箱内在 100~105°C 烘至恒重，置入约 10 克平均盐样，复行称重，称准至 0.001 克以下。然后再放入烘箱中于 100~105°C 下烘至恒重，第一次烘 3 小时，以后每次为 1 小时，至两次所称重量之差不超过 0.001 克，即认为已达恒重。在每次烘后称重前，先置于干燥器中冷却。水分含量百分数（X）按下式计算：

$$X = \frac{(A-B)}{C} \times 100$$

式中：A——烘干前食盐加称瓶重量（克）。

B——烘干后食盐加称瓶重量（克）。

C——称取样品重量（克）。

计算结果，至小数点后二位为止。

6. 水不溶物含量的测定：

称取准备好的食盐样品25克（称准至0.001克），置于400毫升的烧杯中，加蒸馏水200毫升，置于沸水浴上加热1小时，经常用玻璃棒搅拌，待样品全部溶解残渣下沉后过滤（滤纸已用热水洗涤数次并在100~105°C烘至恒重），以热水用倾泻法洗涤滤渣，至洗液不含氯化物（以AgNO₃溶液检查）为止。最后将沉淀全部移入滤纸上。

滤液及洗液收集于500毫升的容量瓶中，冷却后加蒸馏水至刻度摇匀，供检查其他项目用。

将带有不溶物残渣的滤纸连同漏斗于80~90°C温度下烘干30分钟再将滤纸取出，折叠后移入预先烘至恒重的称量瓶中，于100~105°C温度下烘至恒重。第一次烘干1小时，以后每次为30分钟，至两次所称重量之差不超过0.001克为止。水不溶物含量的百分数（X）按下式计算：

$$X = \frac{(B-A)}{C} \times 100$$

式中：A——称量瓶加滤纸重（克）。

B——称量瓶加带有不溶物的滤纸重（克）。

C——称取食盐样品重（克）。

7. 氯化钠及可溶性杂质含量的测定：

（1）氯离子（Cl⁻）含量的测定：

A、试剂及溶液

0.1 N硝酸银（AgNO₃）标准溶液

铬酸钾指示剂。10%溶液

B、测定手续：

用移液管吸取25毫升测定水不溶物的滤液于250毫升的容量瓶内，加蒸馏水稀释至刻度，摇匀。然后用移液管吸取

25毫升于150毫升烧杯中，加蒸馏水至50毫升，加入10%铬酸钾溶液四滴，在充分搅拌下，用硝酸银标准溶液滴定。直到第一次出现淡红棕色悬浊液而颜色不褪为止。

指示剂可加一校正值，校正值是空白试验测定的，在100毫升蒸馏水中加入1毫升10%铬酸钾溶液及200毫克磨得很细的干淀粉（或碳酸钙少量）再以硝酸银标准溶液滴定至一定的颜色时所用去的硝酸银溶液毫升数，即为校正值。

所用碳酸钙应检查其氯离子含量，方法如下：将200毫克碳酸钙溶于过量稀硝酸中加入5滴10%铬酸钾溶液，过夜后，溶液应不显示浑浊。

试样中氯离子的含量百分数(X)按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.0355}{C} \times 100$$

式中：V——消耗硝酸银标准溶液量（毫升）。

N——硝酸银标准溶液的当量浓度。

C——所取样品重量（克）。

0.0355——与1毫升1N AgNO₃标准溶液相当的氯量，克。

(2) 硫酸根(SO₄²⁻)含量的测定。

A、试剂及溶液：

氯化钡溶液2%

盐酸溶液10%。

B、测定手续：

用移液管吸取100毫升测定水不溶物的滤液于250毫升烧杯中，用10%的盐酸调节溶液之pH值至5~6，热至将沸，迅速加入25毫升2%氯化钡热溶液（约过量10~20%），剧烈搅拌2~3分钟，冷至室温，酌量再加少许氯化钡溶液，

检查是否沉淀完全。

用致密滤纸过滤，先将上层清液倾入滤纸，然后以冷水将杯内沉淀洗入滤纸，此时如有沉淀穿过滤纸必须重新过滤，直至下面滤液完全澄清为止，最后用橡皮帚将余下附杯壁的沉淀全部扫入滤纸，用少量冷水分数次洗涤沉淀至洗液加硝酸银试液不生沉淀为止。将沉淀连同滤纸移至预先灼烧过，称至恒重的磁坩埚中，放入烘箱内，于 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ 烘干再移至较低火焰（或可控制温度的电炉），将滤纸徐徐炭化，此时应小心勿使滤纸着火，滤纸炭化前亦勿使温度达赤热，俟滤纸全部炭化后升高温度至暗红，将坩埚倾斜使有充分空气助燃俟滤纸成灰，再移入马弗炉内，于 $600\sim 800^{\circ}\text{C}$ 灼烧15分钟冷却称重。重复灼烧10分钟，至达恒重（ ± 0.2 毫克）为止。硫酸根的含量百分数（X）按下式计算：

$$X = \frac{0.4115 (B - A)}{C} \times 100$$

式中：A——磁坩埚重（克）

B——磁坩埚加硫酸钡沉淀重（克）

C——所取样品重（克）

0.4115——将硫酸钡换算为硫酸根（ SO_4^{2-} ）的系数。

（3）钙离子（ Ca^{++} ）含量及镁离子（ Mg^{++} ）含量的测定

A、试剂及溶液

EDTA（乙二胺四乙酸二钠）标准溶液0.02N。

2N 氢氧化钠溶液

$\text{NH}_3-\text{NH}_4^+$ 缓冲溶液 PH=10

2%紫尿酸铵混合指示剂。

2% 铬兰黑混合指示剂。

B、测定手续

(A) 钙离子 (Ca^{++}) 的测定

用移液管吸取50毫升测定水不溶物的滤液，于200毫升烧杯中，加入2毫升2N NaOH溶液及5毫克2%紫尿酸铵混合指示剂，立即由微量滴管用EDTA标准溶液滴定，至溶液由红色变为蓝紫色为止。由所耗EDTA溶液毫升数计算钙离子含量。试样中钙离子的含量百分数(X)按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.02 \times 100}{C}$$

式中：V——EDTA标准溶液之用量（毫升）

N——EDTA标准溶液当量浓度。

C——所取样品重量（克）。

0.02—与1毫升1NEDTA标准溶液相当的钙离子量，克。

(B) 镁离子 (Mg^{++}) 的测定

用移液管吸取50毫升测定水不溶物的滤液，于200毫升烧杯中，加入氨性缓冲溶液5毫升及铬兰黑混合指示剂5毫克，搅拌使其溶解后，立即以EDTA标准溶液滴定。至溶液由酒石红色到呈现明显之纯蓝色为止。记录EDTA标准液用量，由其中减去滴定钙时同量样品所耗之相同浓度之EDTA量，即得镁离子消耗标准溶液之毫升数。试样中镁离子含量百分数(X)按下式计算：

$$X = \frac{(V_1 - V) \times N \times 0.01216 \times 100}{C}$$

式中：V——滴定钙离子消耗EDTA标准溶液之量(毫升)

V_1 ——滴定钙离子和镁离子总量消耗EDTA标准溶液之量(毫升)

N——EDTA标准溶液当量浓度

C——所取样品重量(克)

0.01216与1毫升1NEDPA标准溶液相当的镁离子量，克
(4) 钾离子(K^+)含量的测定

A、试剂、溶液及仪器

亚硝酸钴钠试剂。 $Na_3(Co(NO_2)_6)$ 。

2.5N醋酸溶液。

酒精醋酸洗液。(1:3酒精溶液50毫升加2毫升冰醋酸。)

50%酒精。

0.03~0.05N高锰酸钾标准溶液。

0.03~0.05N草酸($H_2C_2O_4$)标准溶液。

4N硫酸溶液。

石棉坩埚。以15毫升之古氏坩埚，用经稀高锰酸钾液及稀草酸溶液先后处理，并用蒸馏水洗至无草酸之石棉填入坩埚内，用玻棒轻轻将石棉压紧，再用蒸馏水抽洗几次备用。

B、测定手续

准确称取已制备好的食盐样品80克于400毫升烧杯中，加入300毫升蒸馏水使其溶解，滤去不溶残渣，滤液承受于500毫升容量瓶中，用蒸馏水洗烧杯、残渣及滤器至无 Cl^- (用 $AgNO_3$ 试液检查)加蒸馏水至刻度。

用移液管吸取100毫升上面配制之溶液于200毫升烧杯中，加入2.5N醋酸5毫升，迅速而又均匀地滴入25毫升亚

硝酸钴钠，时间约 1.5~2 分钟，复以表玻璃，静置过夜，此时温度应接近 20°C (18~28°C)。然后将上层清液倾入另一烧杯内复以表皿，备以后过滤。于原烧杯中再加亚硝酸钴钠沉淀剂 4~7 毫升；2.5N 醋酸 2 毫升，并小心用玻璃棒搅拌，将混合物在沸腾的水浴上加热不时搅拌，直至表面充满薄膜为止，取下冷至室温，加水 25 毫升，用玻璃棒小心搅匀，放置 30~60 分钟，放置过程中需搅拌 5~6 次，应保证没有棕色残留物，用 15 毫升已准备好的石棉坩埚过滤，先倾出溶液用酒精醋酸洗液洗至无氯离子及硫酸根（一般用洗液 100~150 毫升）再用 50% 酒精洗 10 次每次 2~5 毫升，将沉淀在 80°C 下烘干 30~40 分钟。

在 400 毫升烧杯中，用滴定管准确量取过量高锰酸钾标准溶液，加蒸馏水稀释至约 200 毫升，此时高锰酸钾浓度范围为 0.003~0.01N（最好在 0.006N）加热煮沸，取下加 4N 硫酸 7 毫升（使溶液浓度约 0.13N）然后将烘干的亚硝酸钴钠钾沉淀连坩埚移入高锰酸钾溶液中（使坩埚侧卧用玻璃棒引入），用力搅拌杯内上部溶液，使沉淀迅速溶解，然后在沸水浴上加热 5~15 分钟，至淡黄色沉淀全部作用变为棕褐色，加过量草酸标准溶液，并加热至 80~85°C，此时生成的二氧化锰应完全溶解，再以高锰酸钾标准溶液回滴过量草酸，在同样条件下（注意高锰酸钾与硫酸溶液在沸水浴上加热时间必须控制一致），用同量试剂进行空白试验。

试样中钾的含量百分数 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{(A - B - C) \times N \times 0.007109}{D} \times 100$$

式中：A——亚硝酸钴钠钾分解时消耗高锰酸钾标准溶

液的毫升数。

B——加入的草酸标准溶液所相当的高锰酸钾毫升数。

C——空白试验所耗高锰酸钾毫升数。

D——所取样品重量(克)。

N——高锰酸钾标准溶液之当量。

0.007109——换算为钾的系数。

(5) 氯化钠及可溶性杂质成分的计算和检验结果的检查:

根据上述各项检查的结果,得出食盐样品中所含个别离子的百分比,然后按下表及其所标注的顺序号码进行化合物成分的计算,计算出来的硫酸钙、硫酸镁、硫酸钠、氯化钙、氯化镁、氯化钾之和为可溶性杂质的含量,其余 Cl^- 计算为氯化钠含量:

阴离子 \ 阳离子	Ca^{++}	Mg^{++}	K^+	Na^+
SO_4^-	1. CaSO_4	2. MgSO_4		3. Na_2SO_4
Cl^-	4. CaCl_2	5. MgCl_2	6. KCl	7. NaCl

若依顺序号码计算时,某种化合物因阴离子或阳离子不存在而不能形成,即依次以下一顺序号码递补进行计算。计算结果至小数点后二位为止。

检查结果是将分析所得化合物百分数的总和,加上水不溶物、水分(测定之水分加上烘干 105°C 时所残留的结晶水)之和为 $99.5\sim 100.5\%$ 时,认为分析数据成立。

食盐在 105°C 温度时残留的结晶水，以硫酸钙含 1/2 H₂O、硫酸镁含 2H₂O、氯化镁含 4H₂O 计算。

8. 碘化钾 (KI) 含量的测定：(此项测定只用于加碘盐)

(1) 试剂及溶液：

磷酸，85%

饱和溴水

硫代硫酸钠 0.005N。

碘化钾结晶。

饱和石碳酸溶液。(10%)

0.5% 淀粉溶液。用时新配制。

甲基橙指示剂。0.05% 水溶液。

(2) 测定手续

称取 100 克食盐试样，加蒸馏水在烧杯中溶解后，倾入 1 升升量瓶中，稀释至刻度摇匀，用干漏斗干滤纸过滤，弃去最初 20 毫升，然后直接吸取此清亮滤液 100 毫升(10 克盐)于 200 毫升烧杯中，加 2 滴甲基橙指示剂，0.5 毫升 85% 磷酸，15 毫升饱和溴水，搅匀，于室温放置 10 分钟，然后在剧烈搅拌下倾入 20 毫升饱和的石碳酸溶液，以细水流淋洗杯壁搅拌使匀，加入 0.5 毫升 85% 的磷酸，及 0.25~0.3 克碘化钾结晶，在 3 分钟内逐滴加入标准硫代硫酸钠溶液，至淡黄色时，加入 0.5% 淀粉液 2 毫升，继续滴至溶液无色。食盐中碘化钾的百分含量按下式计算：

$$\text{KI}(\%) = \frac{0.0276 \times N \times V \times 100}{10}$$

式中：N——硫代硫酸钠溶液当量浓度。

V——消耗硫代硫酸钠溶液毫升数。

0.02766——计算为碘化钾的系数。

注：加入饱和石碳酸溶液后，观察溶液颜色应无色透明。如出现絮状沉淀，应考虑降低氯化钠在溶液中的浓度，重新取样测定。

松 香

(LY 204-63)

本标准适用于由松树采集的松脂蒸去松节油后所得的松香，其化学组成主要为同分异构树脂酸，通式是 $C_{20}H_{30}O_2$ 。

一、技 术 要 求

1. 松香按质量指标分为“特、一、二、三、四、五、六、七、八”计九级。各级松香须符合表1要求：

表 1

指 标 名 称			特 级	一 级	二 级	三 级	四 级	五 级	六 级	七 级	八 级
颜 色	色 泽		微 黄	淡 黄	黄 色	深 黄	黄 棕	黄 红	深 黄 红	浅 棕 红	棕 红
	不深于罗 维邦色号	黄	12	20	30	40	50	60	70	75	75
		红	1.4	2.1	2.5	3.4	4.5	5.5	7.7	11.5	18.5
外 观			透 明								
软化点(环球法) 不低于°C			72			70					
酸价不低于			166			164			160		
不皂化物含量不多于%			6			7			8		
机械杂质含量不多于%			0.05			0.07			0.10		

2. 松香结晶

(1) 有轻微针状结晶，在箱内分布稀疏，透明见底，而并不影响颜色检定者，仍为合格。

(2) 有绿豆状结晶，其分布范围不超过整箱的四分之一，且仍基本透明，尚可检定颜色者，仍为合格。

(3) 凡结晶超过本标准本条(1)、(2)两款中任何一款规定者，统按不合格品处理。

二、检 验 规 则

3. 生产工厂出厂的松香应按本标准的规定进行检验，并附质量检验合格证书。

4. 松香应按不同等级分批取样检验。取样方法规定如下：

(1) 抽检箱(桶)数如表2规定：

表 2

每批箱(桶)数	抽 检 数 量		备 注
	%	箱(桶)数	
自500以下	8	2—40	1. 抽检箱(桶)数，应随每批中松香总箱数的增加而按规定比例增加。如按规定比例计算所得箱数低于左列最低箱数者，应按该项最低箱数为准。 2. 按比例计算所得箱数，不足整数时，尾数统舍去不计(统按整数计算)。
501—1,000	7	41—70	
1,001—2,000	5	71—100	
2,001—5,000	4	101—200	
5,001—10,000	3	201—300	

(2) 每箱(桶)取样，应从箱(桶)内上、中、下三部选取，试样块粒大小，以适合颜色的测定为度，每箱(桶)取样数量约为200g(箱数少时可增加到500g)。

(3) 取得的试样，除测定颜色须选取颜色最深的块粒

外，其余应加以混合，并用四分法分取每批的试样约 1,000 g，平分两份，用清洁干燥的纸包好，分别装入有色玻璃瓶中。一份作分析用；一份保存，以备仲裁检验。每瓶样品均须注明：厂名或厂标、原报松香级别、批号和取样日期等。

5. 松香等级的评定按以下方法进行：

(1) 松香颜色按颜色最深的样块测定者为准。

除颜色外的其他质量指标，按用四分法取得的试样所测定的结果为准。

(2) 凡颜色已达到特、一、二级松香的质量标准，但软化点（均按四舍五入计，下同）没有达到 72°C ，而已足 70°C 以上者，按降一级处理；凡软化点达不到 70°C 的松香均作为不合格品处理。

(3) 结晶检验结果，如发现即使只有一箱不合格时，则该批松香统统按不合格品处理。

6. 如对检验结果有异议时，供需双方均有权提出仲裁检验，但仲裁检验单位，需由双方协议确定。

三、分 析 方 法

7. 颜色的检定：用罗维邦色调计法。

(1) 仪器：罗维邦色调计。

(2) 操作程序：将松香试样块先用刀切成略大于 $22 \times 22 \times 22\text{mm}$ 的立方体，然后在洁净低温电热板上（或用热的刀面）将其两平行面熨平，使其距离恰为 22mm ，并将另两平行面熨至松香块适能放入色调计槽座为止。

注：无罗维邦色调计时，亦可用标准颜色的试样或玻璃对比。但对结果有异议时，应以罗维邦色调计校对。

用罗维邦色调计实测时，只要黄、红两种色玻璃的色号（数字）有一种超过（即使仅超过0.1）某一级标准的范围时，即降低一级。即特级降为一级，一级降为二级，余类推。

8. 外观的检定：按本标准第7条规定所制作的松香样块，放在书有小五号字体的纸上，如在阳光下能辨明文字者，即为透明。

9. 软化点的测定（环球法）。略

10. 酸价的测定

（1）试剂：

中性乙醇；

酚酞指示剂（1%中性乙醇溶液）；

百里酚酞指示剂（1%乙醇溶液）；

碱蓝6B指示剂（0.75%乙醇溶液）；

0.5N 氢氧化钾乙醇标准溶液。

（2）操作程序：称取试样约2g（准确至0.001g）于干净的250ml锥形瓶中，加中性乙醇50ml，并在电热板或水浴上加热，使试样全部溶解后放冷，加酚酞指示剂0.5ml（色泽暗时，改加百里酚酞或碱蓝6B溶液1ml），然后用氢氧化钾乙醇标准液（0.5N）迅速滴定，同时振荡瓶内液体，至有显著的淡红色出现，且在30秒钟内不褪色为止（使用碱蓝6B指示剂时，终点是由蓝色变为原来的颜色）。按下式计算酸价X：

$$X = \frac{V \times N \times 56.11}{W}$$

式中：V——滴定至终点时所消耗的氢氧化钾乙醇标准溶液（ml）；

N ——氢氧化钾乙醇标准溶液的规定浓度；

W ——试样重 (g)；

56.11——氢氧化钾的克当量。

两次平行试验结果容许差为 0.5。

11. 不皂化物的测定

(1) 试剂：

氢氧化钾乙醇溶液；0.5 N

乙醚；

中性乙醇；

酚酞指示剂 (1% 中性乙醇溶液)；

0.05 N 氢氧化钾标准溶液；

1% 钛黄指示剂。

(2) 操作程序：称取试样约 5 g (准确至 0.001g) 于 250ml 锥形瓶中，加入氢氧化钾乙醇溶液 50ml，连接回流冷凝器，置水浴上加热煮沸 2 小时。然后移去回流冷凝器，继续加热蒸发剩余乙醇，蒸干后停止加热并冷却。然后加蒸馏水 50ml 于瓶内，放置约 15 分钟，使瓶内固体物质自行溶解 (不可摇动)；移入分液漏斗，静置冷却至室温。加乙醚 30 ml，振荡 3 分钟，静置液体使分为两层 (如发生混浊可加乙醇约 10ml，并振荡)，将下层皂液放入另一分液漏斗中，上层乙醚溶液留在原分液漏斗内。再加乙醚 30ml 于皂液内，如前法处理共三次。将三次所得含有不皂化物乙醚溶液集中在一个分液漏斗中，加入蒸馏水 30ml 洗涤，将水层分离弃去。按此法洗涤三次，然后将乙醚溶液倾入已知重量的 150 ml 锥形瓶中，装上冷凝器，在水浴 (水温 70—80°C) 上回收乙醚。然后将盛有剩余物的锥形瓶放在 100—105°C 烘箱

中，烘 3 小时后，冷却称重。随后每烘 30 分钟称重一次，直到相邻两次称重相差不超过 0.0006g 为止。

按下式计算蒸发剩余物 (X_1)，以 % 计：

$$X_1 = \frac{C_1 - C_0}{W} \times 100$$

式中： C_1 ——瓶和蒸发剩余物重量 (g)；

C_0 ——瓶的重量 (g)；

W ——松香试样重量 (g)。

加 40ml 中性乙醇于瓶中，以溶解蒸发剩余物，加酚酞指示剂（如颜色过深，可改用钛黄指示剂 5—10 滴）1 滴，然后用 0.05 N 氢氧化钾标准溶液滴定至红黄色终点。

按下式计算树脂酸 (X_2)，以 % 计：

$$X_2 = \frac{V \times N \times 0.3024}{W} \times 100$$

式中： V ——滴定时用去的氢氧化钾标准溶液 (ml)；

N ——氢氧化钾标准溶液的规定浓度；

0.3024——每 ml 氢氧化钾标准溶液 (1N) 相当于树脂酸的重量 (g)；

W ——松香试样重量 (g)。

不皂化物含量 (X)，由蒸发剩余物 (X_1) 减去树脂酸 (X_2) 所得差数，即为：

$$X = X_1 - X_2$$

两次平行试验结果容许差为 0.02%。

注：如在锥形瓶中不易烘干时，可用乙醚 10—20 ml 分次将锥形瓶中的剩余物全部洗入已知重量的 150 ml 烧杯中，蒸发乙醚并烘至恒重。

12. 机械杂质含量的测定

(1) 试剂：乙醇(95—96%)。

(2) 操作程序：称取试样约10g(准确至0.01g)，置于干净的250ml烧杯中，加乙醇(95—96%)50ml，在水浴上加热，并用玻璃棒不断搅拌，俟完全溶解后，用已知重量的古氏坩埚(坩埚铺以用95%乙醇处理过的滤纸或石棉纤维)过滤，用乙醇50ml分五次洗涤。然后放在烘箱内在100—105°C温度下烘至恒重为止。

按下式计算机械杂质含量(X)，以%计：

$$X = \frac{C_2 - C_1}{W} \times 100$$

式中：C₁——坩埚重(包括滤纸或石棉纤维)(g)；

C₂——坩埚重(包括滤纸或石棉纤维)和残渣重(g)；

W——试样重(g)。

两次平行试验结果容许差为0.02%。

13. 结晶的检定：在晚上，将抽检松香的箱盖揭开(松香上面如有灰尘，应轻轻扫去)，用强光手电筒或有罩电灯(12—16伏)的光线透入箱内，用肉眼细致观察整箱松香中结晶程度的轻重及分布疏密情况，如因松香颜色过深，难于观察下层时，应将松香连箱立起，揭开底部箱板从底部透光观察。对检验的松香按本标准第2条规定处理。

四、包装与标志

14. 松香用木箱包装，每箱净重100kg。木箱内部尺寸(长×宽×高)为560×435×440mm，箱板厚度为21mm。

注：①为便于运输，每箱松香净重亦可为50kg或25kg，其包装技术要求（包装箱内部尺寸，箱板厚度等）由供需双方议定；
②出口松香包装，可按对外贸易部的要求，用铁桶等包装，包装技术要求由对外贸易部制定。

15. 包装木箱箱头应标明：产品名称、级别、生产厂或厂标、出厂日期、批号、毛重、净重和本标准代号LY₂₀₄₋₈₈。

▲皂化值的测定：

(1) 试剂

0.5 N 氢氧化钾乙醇溶液

0.5 N 盐酸标准溶液

1% 酚酞指示剂

(2) 操作程序

称取2克（准确至0.001克）研细通过60筛目的试样于250毫升锥形瓶中，准确加入25毫升0.5 N 氢氧化钾乙醇溶液，装上回流冷凝器，置水浴上煮沸2小时。在煮沸过程中，应不时将瓶摇荡。

冷后加入0.5毫升酚酞指示剂，用0.5 N 盐酸标准溶液滴定至红色恰好消失。同时用等量试剂作一空白试验。皂化值X按下式计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 56.11}{W}$$

式中：V₁——空白试验消耗盐酸标准溶液，毫升，

V₂——滴定试样消耗盐酸标准溶液，毫升；

N——盐酸标准溶液当量浓度

W——试样重量，克。

56.11——氢氧化钾克当量

附注：分析试样应将其在瓷乳钵中，进行粉碎研磨直至全部试样通过60目筛以备分析用。

硬 脂 酸

(QB 523-66)

本标准适用于由固体动植物油脂经水解后加工精制，供化妆品、橡胶、金属盐等工业用的硬脂酸。其主要成分为十八烷酸及十六烷酸，并含有适量的十八烯酸等。

一、分 级

1. 根据产品质量分为四级：

(1) 一级硬脂酸；

(2) 二级硬脂酸；

(3) 三级硬脂酸；

(4) 四级硬脂酸。

二、技 术 要 求

2. 感官指标：

(1) 外观：外形有块状、片状、粒状。一、二级并带有光泽的结晶体。

(2) 色泽：一级洁白，二级白色，三级微黄至浅黄色，四级浅黄色至黄色。

3. 物理化学指标须符合表1的规定：

表 1

指 标 名 称	一 级	二 级	三 级	四 级
碘 值 不大于	2	4	8	16
皂化值	206~211	205~220	200~220	190~220
酸 值	205~210	203~218	198~218	188~218
凝 固 点, °C	54~57	>54	>52	>52
水 分, % 不大于	0.2	0.2	0.2	0.2
灰 分, % 不大于	0.03	0.03	0.03	0.04
无 机 酸, % 不大于	0.001	0.001	0.001	0.001

三、试 验 方 法

4. 样品制备：将样品充分混匀，置于玻璃瓶中，塞紧备用。

5. 碘值（韦氏法）

（1）仪器

碘值瓶：500毫升；

容量瓶：1000毫升，棕色。

（2）试剂

冰乙酸：

碘化钾：15%水溶液。

碘：再升华。

氯仿或四氯化碳：

盐酸：比重1.19。

氯气：99.8%，或用比重为1.19的盐酸滴加于高锰酸钾

中，使所发生之氯气先通过盛有比重为1.84的硫酸的洗气瓶干燥后，再通入碘溶液中。

0.1N 重铬酸钾标准溶液。

0.1N 硫代硫酸钠标准溶液。

韦氏溶液。

0.5% 淀粉指示剂。

(3) 试验程序：

称取干燥之样品（样品称取量按表2规定），置于碘值瓶中，加入氯仿或四氯化碳15~25毫升（如样品用量在5克以下者加15毫升，在10克左右加25毫升）。待样品溶解后，由滴定管加入韦氏溶液25毫升，充分摇匀（如室温超过30°C，以15%碘化钾溶液润湿玻璃塞，勿使用多量致流入瓶中），在20°C以上放置暗处30分钟，将碘值瓶从暗处取出，加入15%碘化钾溶液20毫升，再加入蒸馏水100毫升，用0.1N硫代硫酸钠标准溶液滴定，边摇边滴定至溶液呈淡黄色时，加入淀粉指示液1毫升，再继续滴定至蓝色消失为止。同时在相同情况下作一空白试验。碘值（I. V.）按下式计算：

$$I. V. = \frac{(B-S) \times N \times 0.1269}{W} \times 100$$

式中：B——空白试验所耗用硫代硫酸钠标准溶液的体积，毫升；

S——样品试验所耗用硫代硫酸钠标准溶液的体积，毫升；

N——硫代硫酸钠标准溶液的规定当量浓度；

W——样品重量，克。

平行试验结果的容许误差为0.2。

表 2

碘 值	样 品 重 量, 克
2	12.6900
4	6.3450
8	3.1725
16	1.5813

6. 皂化值

(1) 试剂

0.5N 盐酸标准溶液。

0.5N 氢氧化钾乙醇溶液。

精制乙醇：称取硝酸银 1.5~2 克，溶于 3 毫升蒸馏水中，然后倒入 1000 毫升乙醇中摇匀，另取化学纯氢氧化钾 3 克，溶于 15 毫升热乙醇中，冷却后再注入以上的溶液中，摇匀，静置澄清后，移出澄清液再进行蒸馏。

酚酞指示剂：1% 乙醇溶液。

(2) 试验程序：

称取样品 2 克（称准至 0.001 克），置于 250 毫升锥形瓶中，用移液管加入氢氧化钾乙醇溶液 50 毫升。然后装上空气冷凝管，置于水浴锅上维持微沸状态 60 分钟，勿使蒸汽逸出冷凝管。取下后，加入精制乙醇 20 毫升和酚酞指示剂 6~10 滴左右，趁热以 0.5N 盐酸标准溶液滴定至红色恰消失为止。同时在相同情况下作一空白试验。

皂化值 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 56.1}{W}$$

式中： V_2 ——空白试验所耗用 0.5N 盐酸标准溶液的体积，毫升；

V_1 ——样品试验所耗用 0.5N 盐酸标准溶液的体积，毫升；

N ——盐酸标准溶液的当量浓度；

W ——样品重量，克。

平行试验结果的容许误差为 1.0。

7. 酸值

(1) 试剂

0.2N 氢氧化钠标准溶液。

95% 中性乙醇。

酚酞指示剂：1% 乙醇溶液。

(2) 试验程序：

称取样品 1 克左右（称准至 0.001 克），置于锥形瓶内，加入中性乙醇 80~90 毫升，加热使其溶解，加入酚酞指示剂 6~10 滴左右，立即以 0.2N 氢氧化钠标准溶液滴定至呈微红色，并能维持 30 秒钟不退色即为终点。

酸值 (X_0) 按下式计算：

$$X_0 = \frac{V \times N \times 56.1}{W}$$

式中： V ——滴定时耗用氢氧化钠标准溶液的体积，毫升；

N ——氢氧化钠标准溶液之当量浓度；

W ——样品重量，克。

平行试验结果的容许误差为0.8。

8. 凝固点 略

9. 水分 略

10. 灰分

试验程序:

准确称取样品约10克, 置于已知重量的坩埚中, 加热除去挥发物, 并在不使样品着火下使之完全炭化。

将坩埚移置于高温炉中, 逐渐升温至800~850°C, 灼烧至成白色灰烬后, 移置坩埚于炉口, 使稍冷却, 再放入干燥器内, 冷却30分钟后称重, 再置坩埚于高温炉烧30分钟, 取出冷却称重, 至前后两次恒重为止。

灰分百分数 (X_2) 按下式计算:

$$X_2 = \frac{(W_1 - W_2)}{W} \times 100$$

式中: W_1 ——灰分和坩埚重量, 克;

W_2 ——坩埚重量, 克;

W ——样品重量, 克。

平行试验结果的容许误差为0.005%。

11. 无机酸

(1) 仪器

试管: 5毫升(玻璃需洁白无色)。

(2) 试剂

0.001%硫酸标准溶液: 量取比重为1.84化学纯硫酸7.5毫升, 倒入少量蒸馏水中, 然后稀释至1000毫升(约0.25N)。用分析纯无水碳酸钠标定其浓度。

将已标定之0.25N硫酸按 $\frac{0.1}{\text{硫酸标准浓度} \times 0.049}$ 计算所

需硫酸毫升数，量取此毫升数，注入250毫升容量瓶中，用蒸馏水摇匀稀释至250毫升，待充分摇匀后，再吸取25毫升，注入1000毫升容量瓶中，加入蒸馏水摇匀，稀释至1000毫升，即为0.001%硫酸标准溶液。

甲基橙指示剂：0.1%水溶液。

(3) 试验程序：

称取样品5克，置于洁净干燥之50毫升烧杯中，加热使其熔化。加入煮沸蒸馏水5毫升，搅拌2分钟，冷却使其凝固。取出脂肪酸块，将溶液倒入试管中，加甲基橙指示剂一滴与等体积0.001%硫酸标准溶液，用等量之指示剂比较其色泽。色泽不深于标准样，即视为无机酸低于0.001%。

四、验收规则

12. 同级的产品，以一次交货的数量为一批。
13. 验收时，须检查包装及标志是否符合第五章的要求。
14. 交货时，每批应附有检验合格证或证明书载明全部质量标准。
15. 收购方对产品质量有异议时，有权在收货后二个月内提出要求进行复验。
16. 产品中不得有机械杂质。收购方认为有疑问时，可通过100目筛检验之。
17. 样品的采取：
 - (1) 抽验时应在货物存放地点由交收双方会同抽样，

超过 100 件以上抽样按交货件数的 5 % 抽取预样，再从预样中任取 2 ~ 4 件作为样件；100 件以下则任取 2 ~ 4 件作为样件。然后从每件样品的任意部位取 300 ~ 450 克，总重量为 900 ~ 1200 克。

(2) 采取的样品经充分混匀后，分为三等分保存在洁净干燥的密封玻璃瓶或塑料袋中。

(3) 瓶外面贴以标签注明制造厂名称、产品名称、批号、同批件数及重量、取样日期、取样人姓名及签章。

(4) 封好的样品一瓶交收购单位，一瓶交制造厂，第三瓶备仲裁试验之用，保存地点由双方协商决定，样品的保存期为二个月。

(5) 双方对检验结果，虽经协商而仍有异议时，需进行仲裁检验，仲裁检验机构由双方协商选定。

五、包装、标志、运输和保管

18. 硬脂酸用木箱（内衬洁净之牛皮纸一层）、纸箱或内衬塑料袋之麻袋包装。纸箱和木箱外运，必须用草绳、铁丝或铁皮加固，麻袋口用坚牢绳子缝合。

19. 每箱（袋）净重 25 公斤或 50 公斤。

20. 包装箱（袋）上应有下列标志：

(1) 制造厂名称；

(2) 产品名称、级别；

(3) 毛重及净重；

(4) 批号及包装日期。

21. 硬脂酸的运输必须有遮盖物，避免日晒雨淋、受热及撞击，搬运装卸应小心轻放。

22. 硬脂酸应保存在干燥的仓库中，避免日晒雨淋及受热，室温不得超过 40°C 。

23. 硬脂酸应垫离地面 100 毫米以上，避免受潮。

▲ I、熔点的测定

称取约10克粉状硬脂酸试样于100—150毫升的瓷蒸发皿中放在水浴上加热同时以 $100-150^{\circ}\text{C}$ 温度计搅拌观察试样溶解时温度，全部溶解后取出冷却，观察凝固时温度，以试样开始溶解至全部恰行溶解，以及试样开始凝固和全部恰行凝固之温度为读数，温度计所指之读数，二次相差不超过 2°C 。

▲ I、小型熬胶试验：

(1) 试剂

比重 0.90 的浓氨水 (20°C 时)。

(2) 试验程序：

称取试样 8 克，放入已预先盛有70毫升水的烧杯中，在水浴上加热至 $65-75^{\circ}\text{C}$ ，开动电动搅拌器，然后缓缓加入 4.3毫升比重 0.90 浓氨水，保持 $60-70^{\circ}\text{C}$ 约一小时后的热胶应是均匀的粘液，冷后具有鱼鳞状光泽，用 $50\sim 60^{\circ}\text{C}$ 热水稀释后颗粒应大部分在 2μ 以下，不许有针状结晶。

玉蜀黍淀粉

(HG 2-384-66)

本标准适用于以玉蜀黍作为原料而制得的淀粉。其主要用作：制取葡萄糖和糊精的原料、纺织工业的浆纱剂、造纸工业的纸张填充剂、食品工业的原料及其他工业原料。

一、技术条件

1. 外观：白色或微带黄色阴影的粉末。
2. 玉蜀黍淀粉应符合下表要求：

指 标 名 称	指 标	
	一 级 品	二 级 品
水分含量, %	14	—
蛋白质含量, %	0.5	0.8
灰分含量, %	0.1	0.2
酸度 (每100克绝干淀粉试样消耗 0.1N氢氧化钠毫升数)	20	25
细度 (通过100号筛者), %	98	98
斑点 (个/厘米 ²)	2	3
气 味	正 常	

注：凡药用或有特殊用途者可按其要求项目另作规定。

二、检验规则

3. 玉蜀黍淀粉应由生产厂的技术检验部门进行检验。

生产厂应保证所有出厂玉蜀黍淀粉都符合本标准要求，每批出厂的玉蜀黍淀粉都应附有一定格式的质量证明书。

4. 使用单位有权按照本标准第5—16条规定的检验规则和检验方法对所收到的玉蜀黍淀粉的质量进行检验，核验其指标是否符合本标准要求。

5. 取样方法：取样时应作外观检查，看其是否有异常现象如：受潮、发霉等，再检查数量、批号、包装、标志是否符合要求，然后按以下规定取样：

100件以下：从5件中抽取；101—500件：以从100件中抽取5件为基础，其余增取4%；501—1000件：以从500件中抽取21件为基础，其余增取3%；1001—2500件：以从1000件中抽取36件为基础，其余增取2%；若数量超过2500件时，应分批取样及检验。

取样时应在堆垛的各个部位抽取，达到应抽取件数时，逐包拆开袋口缝线（以能插入探子为度），以清洁镀铬或不锈钢探子倾斜插入袋内（注意不要插入过深，以免损坏布袋）。抽取的试样直接倒入带盖的盛样筒中，立即将盖盖好并密封。

6. 将选取的试样仔细混匀，装入清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号、取样日期，送交化验室进行检验。

7. 如果检验结果，有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中选取玉蜀黍淀粉试样进行检验，如重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批玉蜀黍淀粉不能验收。

8. 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，仲裁机

构可由双方协议选定，仲裁时应按本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

三、检 验 方 法

9. 外观：在明暗适度的光线下，用肉眼观察试样颜色应正常。

10. 水分含量的测定

甲法：准确称取3—4克试样（准确至0.001克）置于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的电热烘箱中干燥至恒重。水分含量% (X_1)按下式计算：

$$X_1 = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中：G——试样的重量，克

G_1 ——干燥前试样与称量瓶的重量，克；

G_2 ——干燥后试样与称量瓶的重量，克。

乙法：准确称取样3—4克（准确至0.001克），置于已经预热至 $130 \pm 2^\circ\text{C}$ 的电热烘箱中，烘烤40分钟（从试样放入后温度回升到 130°C 时起计算），然后于干燥器中放冷半小时后称重。计算同甲法。

注：仲裁时以甲法为准。

11. 蛋白质含量的测定

(1) 甲法 略

(2) 乙法

a. 仪器

凯氏烧瓶：容积750毫升。

锥形瓶：容积500毫升。

常量定氮蒸馏装置。

b. 试剂

硫酸，0.1N溶液。

氢氧化钠，0.1N标准溶液及30%溶液。

硫酸：分析纯。

硫酸钾：分析纯。

硫酸铜：分析纯。

甲基红：0.02%

c. 测定手续

分解：取试样1克左右，倒入750毫升凯氏烧瓶中，加入硫酸铜0.5克和硫酸钾约10克的混合粉末及硫酸20毫升，轻轻摇动烧瓶以混和瓶内物质。移凯氏烧瓶置分解架上，瓶口盖以玻璃漏斗，小心用火加热，当泡沫消失后，火力可适当加大，使硫酸溶液保持均匀沸腾。如见瓶的内壁附有焦化物质，瓶内的液体呈透明的浅绿色时，可轻轻摇动瓶内物质，或加入少量硫酸冲洗。当瓶中液体完全透明，呈浅绿色至浅蓝色且无黄色暗影时，再继续煮沸10分钟左右，分解即完成。

蒸馏：分解完成后须冷却，加蒸馏水约150毫升稀释之，将烧瓶移置于蒸馏架上在冷凝器下端用500毫升锥形瓶作接受器，瓶中注入0.1N硫酸溶液20毫升及甲基红指示剂2—4滴，将冷凝器的下口插入锥形瓶的液体中。然后在凯氏烧瓶中加入30%氢氧化钠溶液100毫升（使沿瓶壁流至瓶底，自成一液层）、锌粒2粒，进行蒸馏，当馏出液为原液体积的2/3时，停止蒸馏。

滴定：将锥形瓶内的液体用0.1N氢氧化钠溶液滴定过

量的酸至溶液变黄色为止。

按同样条件作一空白试验。试样中蛋白质含量% (X_2) (以干基计) 按下式计算:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V) \cdot N \times 0.014 \times 6.25 \times 100}{G \times (100 - X_1)} \times 100$$

式中: V ——滴定时用去氢氧化钠标准溶液的体积, 毫升;

V_1 ——空白试验用去氢氧化钠标准溶液的体积, 毫升;

N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度;

G ——试样的重量, 克;

X_1 ——试样中的水分含量, %

6.25——将氮换算为蛋白质的系数;

0.014——每毫克当量氮的克数。

甲、乙二法经试验结果完全一致, 测定时可任选一种。

12. 灰分含量的测定

(1) 仪器

坩埚: 25毫升。

(2) 测定手续

用已恒重的坩埚称取充分混匀的试样 2 克 (准确至 0.01 克), 先行炭化, 再放入马弗炉中, 在 600°C 下灼烧至呈白色或灰白色且无黑色炭粒。关闭电源, 待温度降至 400°C 以下时, 取出坩埚, 置于干燥器内冷却后称重。再继续如上灼烧 30 分钟, 取出冷却称重, 反复灼烧至前后二次称重之差小于 0.5 毫克时为止, 取较小称重结果。灰分含量% (X_3) (以干基计) 按下式计算:

$$X_a = \frac{G_1 \times 100}{G \times (100 - X_1)} \times 100$$

式中： G_1 ——灼烧后所得灰分重量，克；

G ——试样重量，克；

X_1 ——试样中的水分含量，%。

13. 酸度的测定

(1) 试剂和仪器

氢氧化钠：0.1N标准溶液。

氢氧化钾，0.1N标准溶液。

酚酞：1%乙醇溶液。

瓷蒸发皿：容积380毫升。

(2) 测定手续

准确称取试样20克，置于瓷蒸发皿中，加蒸馏水100毫升（蒸馏水须预先以1%酚酞指示液试验，如为酸性，须以0.1N氢氧化钠或氢氧化钾溶液中和之，使呈粉红色）及酚酞指示液5—8滴，以0.1N氢氧化钠或氢氧化钾标准溶液滴定至溶液呈粉红色且保持1分钟不褪色为终点。按下式计算酸度 X_4 （100克干燥试样所消耗的准确0.1N氢氧化钾或氢氧化钠溶液的毫升数）：

$$X_4 = \frac{V \cdot F \times 5 \times 100}{100 - X_1}$$

式中： V ——滴定用去0.1N氢氧化钠或氢氧化钾标准溶液的体积，毫升；

F ——氢氧化钠或氢氧化钾标准溶液浓度换算为准确0.1N的系数；

X_1 ——试样中水分含量，%。

14. 细度的测定

(1) 仪器

100号筛孔的铜丝分样筛

(2) 测定手续

称取100克试样，置于100号筛孔的铜丝分样筛上，用手剧烈振摇筛。称量筛下物的重量，应在98克以上。

15. 斑点的测定

(1) 仪器

玻璃片：上刻有面积为1厘米²的小格10个。

(2) 测定手续

取约100克试样充分混匀，平铺于清洁的白纸、玻璃或瓷器上，然后在淀粉试样的表面放上一块刻有10个小格、每格面积为1厘米²的玻璃片，轻轻压紧，在明暗适度的天然光下（相当于目力1.2），用肉眼观察（不得使用放大镜），读取10格内的全部斑点数（包括各种非正常颜色的斑点），然后将试样充分混匀，以同样方法再重复测两次。按下式计算每1厘米²面积内所含的斑点数（ X_s ）：

$$X_s = \frac{30 \text{ 个小格内的斑点总数}}{30}$$

16. 气味的测定

取约10克左右的试样，放在洁净的白纸上或放在盛有50°C温水的玻璃杯中，加盖振摇经半分钟后，将水倒出，嗅其气味是否正常。除玉蜀黍淀粉的固有特殊臭味外，应无其它气味。

注：各次试验结果所取位数规定
项目 试验结果所取位数

水分	0.1%
灰分	0.01%
细度	0.1%
酸度	1毫升
斑点	0.1个

四、包装、标志、贮存和运输

17. 玉蜀黍淀粉应包装在清洁的布袋中，袋口用坚固的线密缝，以免运输中途造成破损、漏出。每袋净重可以分为20、25、50、60、75公斤等数种，每袋包装之重量差异应在±0.3%以内，按出厂时检验的水分计算。

18. 每批包装好的成品内都应该附有质量证明书，证明书内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、生产日期或出厂日期、产品净重、产品质量符合本标准要求证明和本标准编号。

19. 玉蜀黍淀粉之每一包装上应有牢固的标志，其内容包括：生产厂名称、产品名称、生产日期、批号和净重。

20. 玉蜀黍淀粉应贮存在干燥清洁、通风良好的仓库中，地面应有垫板，避免直接接触地面。不应和其他有气味与有毒物资共同堆放。仓库应符合卫生要求，不得有害虫。

21. 运送玉蜀黍淀粉的汽车、车厢、货舱应当清洁、干燥、符合卫生要求。不应和散发强烈气味的货物在同一车厢、货舱或汽车中运送，也不应利用装过有毒或有气味货物的车厢、货舱、汽车来运送。运送过程中不应受到雨淋或遇潮。

▲ I. PH值：造纸工业应用的淀粉PH值，一般在4.5—6.5之间，用于酶转化之淀粉，其PH应中和至6.8—7.2。淀粉的PH值一般是不能用指示剂或试纸测定，而应用PH计

测定之。

精确称取 10 ± 0.1 克的淀粉试样，置于250毫升烧杯中加入20毫升蒸馏水，混合均匀，五分钟后，用PH计测定其PH值。

▲ I. 粘度：淀粉和变性淀粉的糊液粘度是一个重要指标。表面施胶和颜料涂布使用的变性淀粉质量决定于糊液的粘度和流性。目前常用测定粘度方法有下列两种：

(1) 相对(比)粘度：

以10%浓度的淀粉(或变性淀粉)溶液在 $90-95^{\circ}\text{C}$ 糊化15分钟后，冷却至 40°C 用恩氏或赛氏粘度计测定瓶与蒸馏水粘度比较而得的比值。

(2) 厘泊粘度：

以1%浓度的淀粉(或变性淀粉)溶液在 $90-95^{\circ}\text{C}$ 糊化15分钟，冷却至 40°C ，在特制的粘度杯中(孔径2—5厘米容积44毫升)滴完所需的秒数；称为厘泊粘度。

▲ II. 羧基含量的测定：羧基含量可用以测定淀粉的氧化度，用次氯酸盐氧化的淀粉一般可用羧基来表示。羧基含量的测定是利用盐酸与淀粉加热时使与淀粉氧化后的羧基反应逸出 CO_2 用标准的 $0.1\text{N Ba}(\text{OH})_2$ 溶液吸收，使之产生白色的 BaCO_3 沉淀。再用HCl标准溶液滴定剩余之 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ，从而计算淀粉中羧基含量。

准确吸取10%浓度的氧化淀粉溶液100毫升，置于250毫升烧杯中，加入5—10毫升12%的HCl加热 $90-95^{\circ}\text{C}$ 并维持此温度不使超过，此时有 CO_2 气体逸出，使之通入盛有已知容量的 $0.1\text{N Ba}(\text{OH})_2$ 标准溶液的锥形瓶中，使产生白色的 BaCO_3 沉淀，待无 CO_2 气体逸出时，则将锥形瓶中的

Ba(OH)₂溶液以甲基橙为指示剂，用0.1NHCl 滴定至恰现红色，即为终点。

羧基含量百分率按下式计算：

$$\text{COOH}\% = \frac{(N_1 V_1 - NV) \times 0.02248}{\frac{W}{M} \times 100} \times 100$$

式中： N₁——Ba(OH)₂标准溶液的当量浓度；

V₁——吸收时加入的Ba(OH)₂标准液的体积，毫升；

N——HCl标准溶液之当量浓度；

V——滴定时所耗HCl标准溶液之体积，毫升；

W——试样重量，克；

M——稀释试样的体积，毫升；

0.02248——与1毫升1NBa(OH)₂相当的COOH量，克。

▲Ⅳ. 胶性的测定：精确称取4克淀粉于小瓷皿中与50毫升水均匀拌和。然后，在不断的搅拌下以加热到浆糊成透明状，冷却后浆糊应该硬到不致于流出瓷皿。

工业用石蜡

GB254—64

1. 本标准适用于由含油蜡经过发汗，白蜡系再经过精制而得到的石蜡。本产品分为白蜡及黄蜡。并按熔点高低各分为48、50、52、54、56及58六个牌号。均适于制造蜡烛、蜡纸等的原料或其他工业之用。

2. 本产品须符合下列要求

质量指标	白 蜡						黄 蜡						试 验 方 法
	48号	50号	52号	54号	56号	58号	48号	50号	52号	54号	56号	58号	
(1)外观	白色结晶						黄色结晶						目测
(2)臭味	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	SYB 2851-60
(3)颜色安定性(日)不少于	7	7	7	7	7	7	—	—	—	—	—	—	"
(4)熔点, °C 不低于	48	50	52	54	56	58	48	50	52	54	56	58	"
(5)机械杂质	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	无	"
(6)含油量, %不大于	2.3	2.1	1.8	1.6	1.4	1.2	2.8	2.5	2.2	2.0	1.8	1.6	"

注 页岩油生产的石蜡安定性允许不低于4天。

3. 本产品的包装、贮运及交货验收按 SYB2000—62S 进行。

4. 采样按 SYB 2001—59 进行，并取 1 公斤作为检验试样。

石 腊 的 分 析

一、取 样 方 法

采取分析试样按来货中 5 % 抽取，小批时也不少于 3 包。

二、试 验 方 法

1. 熔点的测定：（毛细管法）

取石蜡 1—2 克置于小匙中以小火隔石棉铁丝网微热之，使石蜡溶解。将已熔之石蜡注入长 6 厘米，内径 1 毫米的毛细管内（毛细管一端以酒精灯火封闭之），冷却后用橡皮圈将毛细管系于温度计的玻璃球上（温度计必须经过校准）置于有冷水之烧杯内，缓缓加热，加热速度为每分钟升 1°C ，并随时搅拌之，至毛细管中石蜡由乳白色转变为透明状时记下温度，此即熔点。

2. 石蜡中水溶性酸碱的测定：

按照“石油产品水溶性酸及碱试验法”（GB259—64）。测定。

3. 机械杂质含量的测定：

按照 GB511—65 “石油产品和含添加剂润滑油机械杂质测定法”进行。

硅酸钠 (泡化碱)

上海企标

本标准适用于纯碱与石英砂在高温下熔融制成之硅酸钠，加水溶解后所成的硅酸钠溶液。

一、技术条件

1. 外观：青灰半透明稠状液体。
2. 硅酸钠应符合下列要求：

指标名称	1:3.3 ($\text{Na}_2\text{O}:3.3\text{SiO}_2$)	1:2.4 ($\text{Na}_2\text{O}:2.4\text{SiO}_2$)	
	40°Be'	40°Be'	51°Be'
(1) 比重(20°C)	1.376~1.386	1.376~1.386	1.530~1.550
(2) 氧化钠(Na_2O) 含量(%)	8.52~9.09	10.14~10.94	13.10~14.20
(3) 二氧化硅(SiO_2) 含量(%)	27.20~29.10	23.60~25.50	30.50~33.10
(4) 分子比	1:3.3±0.1	1:2.4±0.1	1:2.4±0.1
(5) 铁(Fe)(%) ≤	0.06	0.06	0.08
(6) 水不溶物(%) ≤	0.7	0.7	0.9

二、验收规则

3. 硅酸钠应由制造厂的技术监督部门验收，并保证所有生产和出厂的硅酸钠，都符合本标准的要求。每一批出厂的硅酸钠，都应附有一定格式的质量证明书。

4. 用户有权按照第3~14条规定的验收规则和试验方

法，检查所收到的硅酸钠的质量，核验其指标是否符合本标准的要求。

5. 每批的重量规定不超过100吨。

6. 从总桶数10%中选取样品，小批者亦不得少于从三桶中取样，试样用较桶高5 cm之玻璃取样管，直径1 cm，二端开口，先将取样管插入桶底，然后以姆指揪紧其上端，抽出后将试样注入带胶皮塞玻璃瓶中。

7. 将所取的试样仔细混匀后，选取不少于一公斤之平均试样，等量分置于二个清洁干燥带有橡皮塞的玻璃瓶中，瓶上粘贴标签，注明：制造厂名称、产品名称、批号、取样日期与地址，送交化验室分析。

8. 如果试验结果有一项不合指标要求，应重新自两倍量的包装中选取二倍量的硅酸钠试样进行试验，重新试验的结果，即使只有一项指标不合标准，整批硅酸钠不能验收。

三、试验方法

9. 比重的测定：

(1) 仪器：标准比重计（四位读数）测量40°B'e用1.300~1.400；51°B'e用1.500~1.600。

温度计（0~100°C）

$$\text{比重} = \frac{145}{145 - \text{波美}(B'e)}$$

(2) 测定手续：将试样移入量筒中，温度调节至20°C，将比重计轻轻浸入试液内，待其停止下沉，平视液面，读出比重计数字。

10. 氧化钠(Na₂O)含量之测定：

(1) 试剂和溶液

盐酸	0.1N 标准溶液
甲基红指示剂	0.2% 溶液
孔雀绿	0.2% 溶液

(2) 测定手续：于分析天平上用锥形瓶准确称试样 1 g 左右，加蒸馏水 50 ml，小心摇匀，加甲基红指示剂 0.5 ml 孔雀绿 1~2 滴，以 0.1N 盐酸滴定之，当溶液由绿变为棕色，记下读数。

Na₂O 含量百分数按下式计算：

$$\text{Na}_2\text{O}\% = \frac{V \times N \times 0.031 \times 100}{G}$$

式中：V——滴定用去盐酸之 ml 数；

G——试样重量；

N——盐酸当量浓度。

11. 二氧化硅 (SiO₂) 含量之测定：

(1) 试剂和溶液

盐酸	1 N 标准溶液
NaOH	1 N 标准溶液

(2) 测定手续：将上述测定 Na₂O 后之溶液，加入氟化钠 5 g，小心摇匀，此时溶液又转为绿色，用盐酸滴定至红色，再注入 2~3 ml，然后用氢氧化钠溶液回滴至绿色终点。

SiO₂ 含量百分数按下式计算：

$$\text{SiO}_2\% = \frac{(A - B) \times 0.01502 \times 100 \times N}{G}$$

式中：A——加入氟化钠后滴定用去盐酸之 ml 数；

B——氢氧化钠回滴读数，换算成盐酸 ml 数；

N——盐酸当量数。

12. 分子比计算公式：

分子比是指二氧化硅(SiO_2)克分子数与氧化钠(Na_2O)克分子数在成品中的比例，按下式计算：

$$M = \frac{A}{D} \times 1.032$$

式中：A—— SiO_2 的百分含量；

D—— Na_2O 的百分含量；

1.032——是氧化钠的分子量与二氧化硅分子量的比值。

13. 铁含量之测定

(1) 试剂和溶液

盐酸 6 N 溶液

硫氰酸铵 10% 溶液

标准铁溶液 1 ml 标准铁溶液 = 0.0001g Fe

(2) 测定手续：称 0.2 g 样品用水洗入 50ml 纳氏比色管中，加 25 ml 水，加 5 ml HCl，放置 5 分钟，加入 5ml 硫氰酸铵溶液。搅匀，于另一同样的比色管中加入相同量的水、HCl 及硫氰酸铵溶液，然后滴入铁标准溶液，直至两管颜色相同为止。标准铁溶液须每次新鲜配制。

铁含量百分数按下式计算：

$$\text{Fe}\% = \frac{0.0001 \times V \times 100}{G}$$

式中：V——平衡液色用去标准铁溶液之 ml 数；

G——试样重量，g。

14. 水不溶物之测定:

测定手续: 称 5 g 硅酸钠溶液, 稀释至 400 ml, 迅速地用古氏坩埚过滤, 并用温水洗涤至溶液不呈碱性为止, 于 100~120°C 烘至恒重。

水不溶物百分数按下式计算:

$$\text{水不溶物}\% = \frac{R \times 100}{G}$$

式中: R——残渣重量克数;

G——样品克数。

四、包装、标志、贮存和运输

15. 硅酸钠溶液用 200 公升容量之铁桶包装。

40度每桶净重 250~260 公斤,

51度每桶净重 200~310 公斤。

桶口用带螺丝口的铁盖内衬麻丝紧闭之。

▲附注: 硅酸钠浓度克/升 = 比重 × 重量% ($\text{Na}_2\text{O}\%$ + $\text{SiO}_2\%$)

工业用羧甲基纤维素 (C.M.C)

上海企标

本标准适用于用纤维素、烧碱及一氯醋酸制得的羧甲基纤维素钠盐，其主要用途作为乳化剂、调厚剂、粘合剂、上浆剂等。

一、技术条件

1. 各种型号的羧甲基纤维素应符合下列要求：

型号	指标名称					通用工业范围
	外观	代替度	粘度[厘泊]	pH 值	水分%	
IM7	白色或微黄色纤维状粉末	>0.7	300~600	6~8	≤7	乳化剂等
IH6	白色或微黄色纤维状粉末	>0.65	800~1200	6.5~8	≤7	丝绸、牙膏等工业
IM6	白色或微黄色纤维状粉末	>0.65	300~600	6.5~8	≤7	丝绸、牙膏等工业
IH4	白色或微黄色纤维状粉末	>0.4	800~1200	6~8	≤7	印染、纺织助剂
IM4	白色或微黄色纤维状粉末	>0.4	300~600	6~8	≤7	印染、纺织助剂
CLW	黄白色纤维状固体	—	20% 溶液不小于 2000	9~13	≤44	化学浆糊

二、验收规则

2. 羧甲基纤维素应由制造厂的技监部门进行验收，制造厂应保证所有生产和出厂的羧甲基纤维素都符合本标准的要求，每一批出厂的羧甲基纤维素都应附有一定格式的质量证明书。

3. 用户有权按照本标准规定的验收规则和试验方法检查所收到的羧甲基纤维素的质量。检验其指标是否符合本标准的要求。

4. 每批的重量规定不超过 0.5 吨。

5. 平均试样由每批不少于 10% 桶中选取，桶数少时亦不得少于 3 桶。

6. 试样以探管自桶之上部、中部及底部选取之，将所取试样合并小心混匀，自平均试样中选取 100~120g，并等量放于两个洁净、干燥、可以严封的瓶中，瓶上粘贴标签，注明：制造厂名称、产品名称、批号和取样日期，一瓶交于化验室分析，另一瓶于工厂中保存三个月备作仲裁分析之用。

进行仲裁分析之实验室由双方协议选定之。

7. 如果试验结果有一项不合指标要求，应重新自二倍量的包装中选取二倍量的羧甲基纤维素试样进行试验，重新试验的结果，即使只有一项指标不合标准，整批羧甲基纤维素不能验收。

三、试验方法

8. 代替度的测定：（用硝酸氧铈法）

(1) 试剂和溶液:

- ① 硝酸氧铀试剂: $[\text{NO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}]$
- ② 95% 乙醇或无水甲醇。

(2) 使用设备:

- ① 搅拌器;
- ② 过滤坩埚 (30 ml);
- ③ 磁坩埚;
- ④ 烘箱;
- ⑤ 高温电炉。

(3) 测定方法:

称取 0.250 至 0.500 g 样品于 600 ml 烧杯中, 加少许乙醇使样品湿润, 加 100 ml 蒸馏水搅拌, 并加热至 $50 \sim 70^\circ\text{C}$, 当样品完全溶解后加 300 ml 水加热至 $50 \sim 70^\circ\text{C}$, 用吸管吸取 25 ml 硝酸氧铀试液, 加于正在搅拌之溶液中, 吸管之出口应伸入溶液中, 停止加热, 继续搅拌 5 ~ 10 分钟, 停止搅拌, 并静置使沉淀物下沉。

澄清液首先经过过滤坩埚, 将上层溶液分开, 然后将沉淀物移置过滤坩埚上过滤, 烧杯用水洗涤三次, 每次用水 200 ml, 滤渣用乙醇洗涤二次, 每次用乙醇 100 ml, 并抽真空尽量除去乙醇后在 130°C 烘箱中烘干至恒量为止, 约 1 小时将所得之沉淀物重量记录下来, 称为得到的甲基羧基纤维素氧铀盐, 将干燥的沉淀物尽量移置于另一坩埚内重新称重量, 此重量称为使用的甲基羧基纤维素氧铀盐, 在高温电炉内在 $750 \sim 800^\circ\text{C}$ 灼烧至绿色氧化铀 (U_3O_8) 为止, 时间需 20 ~ 30 分钟, 将坩埚取出, 在干燥器中冷却, 称重, 此剩余重量为氧化铀 (U_3O_8) 重。

计算:

$$\text{氧铀根 (UF) \%} = \frac{W_1 \times 0.961}{W}$$

式中: W_1 ——氧化铀 (U_3O_8) 重量, (g);

W ——使用的甲基羧基纤维素氧铀盐重量, (g);

0.961—— U_3O_8 与 U_8O_{18} 的比值。

$$\text{代替度 (DS)} = \frac{162 \times UF}{135 - 192 \times UF}$$

若以样品干燥量计算时, 样品应在 105°C 烘箱内烘两小时或另外取样测定水分后计算扣除之。

9. 粘度的测定:

①应用设备: 电阻旋转式粘度计 (Emila 粘度计);

小磨粉机;

温度计 ($0 \sim 50^\circ\text{C}$);

②操作方法:

将样品放入干燥箱内约 3 小时全部干燥后, 称取 2 g 放入小三角烧瓶内, 再加入 98 ml 蒸馏水, 振荡后放置 5 小时以上, 再振荡使之均匀, 将溶液温度调整至 25°C , 倾入粘度计的盛液容器内在 25°C 的标准温度下进行测定, 指针所示之处即为粘度。

10. pH 值的测定:

羧甲基纤维素水溶液在测定粘度之前用 pH 试纸测定溶液的 pH 值即为羧甲基纤维素的 pH 值。

11. 水份的测定:

称取试样 2 g, 置于称量瓶内, 于 $95 \sim 100^\circ\text{C}$ 烘干至二次称量差不超过 5 mg 为止, 然后放于干燥器中冷却半小时

后称重。

$$\text{计算：水份}\% = \frac{\text{干燥失重}}{\text{试样重量}} \times 100$$

四、包装、标志、贮存及运输

12. 羧甲基纤维素装于木桶或纸桶内，桶内衬聚氯乙烯薄膜袋，每桶净重 15 kg 与 20 kg 二种。

13. 每批包装好的成品内，都应附有质量证明书，证明书内容包括：制造厂名称、产品名称、批号、生产和出厂日期、产品净重、产品质量符合本标准要求证明和本标准号码。

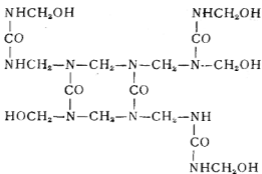
14. 本品应贮存于干燥的库房内。

#5011 脲醛树脂

一、定义及用途：

本标准适用于由尿素与甲醛缩合而成水溶性树脂，主要用于木材的粘合。

结构式：



二、技术条件：

1. 外观：白至微黄色乳浊液体。
2. #5011脲醛树脂应符合下列条件要求：

指 标 名 称	单 位	指 标
(1) 粘度：涂料—4号杯, 25±1℃	秒	60~150
(2) 固体含量：	%	55±2
(3) pH 值		7.5~8.5

三、验收规则:

3. 产品出厂前, 应由生产厂的技术监督部门进行验收生产厂应保证所有生产和出厂的产品都符合产品标准内所规定的指标要求, 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书。

4. 用户有权照产品标准所规定的技术条件验收规则和试验方法检查所收到的产品质量, 校验其指标是否符合本标准要求。

5. 从每批总包装桶数或斤数的 5% 中取样, 但在包装桶数或斤数少时, 抽样不得少于 3 件。

6. 将抽取的样品, 平均仔细混匀后, 再由混匀的样品中取出 500~600g 的树脂, 分装于 2 个清油干燥的磨塞广口瓶中, 瓶上贴明标签, 注明制造厂名称, 产品名称, 产品编号和制造批号, 生产日期和抽样日期, 一并交化验室分析检验, 另一瓶加封, 并保存一个月, 以备仲裁之用, 仲裁机构由双方协议选定之。

7. 如果分析检验结果有一项不符合指标要求, 应重新自二倍量的包装中抽取二倍量的试样进行检验, 重新检验结果, 即使只有一项指标不符合标准, 整批产品不能验收。

四、试验方法:

8. 固体含量的测定:

(1) 试剂和溶液

0.1N 的碘标准溶液,

0.1N 的硫代硫代钠标准溶液,

醋酸—醋酸铵缓冲溶液 (pH=4.5)

(2) 测定手续

先将铝质或马口铁平底空碟 (直径90m/m) 在烘箱内 105°C 时烘15分钟后, 在干燥器中冷却, 称其重量。

以称量瓶称取试样于碟中(试样重量以固体0.5±0.05克为标准)、事先加入二甲苯5毫升。水溶性的可加入水5毫升、然后以手轻摇碟底, 使试样溶化均匀。将样碟放在烘箱内, 胺基树脂在105°C烘1½时醇酸树脂在110°C烘3小时将样碟从烘箱内取出, 放入干燥器中, 冷至室温称重。

计算:

$$\text{固体含量}\% = \frac{\text{干燥试样重量}}{\text{试样重}} \times 100$$

注: 胺基树脂吸水性很强, 可能吸收氯化钙中水份, 因此须以P₂O₅为干燥剂

9. PH值的测定

(1) 仪器及试剂

精密 pH 试纸

100毫升的烧杯及玻璃棒。

(2) 测定手续:

将树脂试样先用等量蒸馏水稀释混匀, 然后以技术条件中所规定的PH范围内的PH试纸浸入树脂溶液中, 立即取出在半分钟内与标准颜色板比较。

10. 粘度的测定

定义: 液体受作用力的影响, 产生阻力分子运动的力量谓粘度。

(1) 仪器及器皿:

涂料 4 号杯：容量在 $18^{\circ}\sim 20^{\circ}\text{C}$ 时为 $100\pm 1\text{ml}$ 。粘度计内径，50公厘。流出口直径 4 ± 0.02 公厘。粘度计下部锥形角度 80° 。流出口高： 4 ± 0.1 公厘。水值在 $20\pm 1^{\circ}\text{C}$ 时 11.5 ± 0.5 秒。

0— 50°C 温度计。秒表。

(2) 涂料—4 号杯水值的测定：

将粘度计洗净干燥置于铁架上，用手指堵住流出口，以预先已保温在 $20\pm 1^{\circ}\text{C}$ 之蒸馏水冲满之，过多部份流入边槽，粘度计下方置承受皿备盛流下的水，待水离开手指时，立即开动秒表、当液体细流中断时，立即停止秒表，水值至少测定 3 次，取其平均值，准确度在 0.2 秒以内测定之值误差应不超过 5 %

(3) 测定手续：

将试样细心拌匀，不得有类似固体块状物及其他不能调匀的物质存在，在即将测定粘度之前，保温 $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ 并放置 5—10 分钟，使气泡放出，粘度计及流出口处必须以适当溶剂，仔细洗净放在空气中干燥之，然后安装于铁架上、调节水平位置后，以手指堵注流出口，将受验涂料倒入其中，此时以温度计测其温度为 $25^{\circ}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 时，驱除气泡及过多部分流入边槽，然后离开手指，同时开动秒表，当液体细流中断时，立即停止秒表，记录此秒数，即为涂料之粘度，测定至少二次，测定流出时间的准确度应在 0.2 秒以内、测定值之差应不超过 5 %

五、包装、标志储存及运输

11. 产品装于铁桶或马口铁听每桶净重 200 kg

12. 在木箱或铁桶表面刷有下列字样：生产厂名，产品名称及编号，生产批号，毛重及净重，制造日期。

13. 产品应存放在通风干燥处，防止日光直接照射并应隔绝火源，远离热源，贮存期为一个月（20°C）

14. 在运转与装卸时应轻举轻放。避免热源及火种。

*516 三聚氰胺树脂

本标准适用于由三聚氰胺与甲醛在微碱性下缩合而成的水溶性树脂，主要用于造纸工业。

结构式：
$$\begin{array}{c} \text{H} - \text{N} - \text{CH}_2\text{OH} \\ | \\ \text{C} \\ / \quad \backslash \\ \text{N} \quad \quad \text{N} \\ | \quad \quad | \\ \text{H} \quad \quad \text{H} \\ | \quad \quad | \\ \text{N} - \text{C} \quad \quad \text{C} - \text{N} \\ | \quad \quad \quad | \\ \text{HOH}_2\text{C} \quad \quad \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$$

一、技术条件

1. 外观：白色固体。

2. *516三聚氰胺树脂应符合下列条件要求：

指 标 名 称	单 位	指 标
(1) 固体含量	%	50±2
(2) pH值		7.5~9

二、验收规则 参见*5011脲醛树脂

三、试验方法

3. 固体含量和PH值的测定与*5011脲醛树脂同。

三 聚 氰 胺 树 脂

一、取样方法

1. 采取分析试样按来货总数 5%，小批时也不少于三桶，所取试样总量不得少于 100 克。

2. 将样品各敲下一小块，研碎，混合，置于有塞玻璃瓶中，贮放于干燥处供分析用。

二、仪器和试剂

2% 盐酸溶液

金属薄板

三、检验方法

3. 聚合速度：

在加热到 160°C 金属板面上放 0.5 克研碎的试料，不断用玻棒搅拌，用秒表计算从试验开始到生成硬皮的时间，聚合速度 3—5 秒，适用于制湿强纸。

4. 酸溶解性试验：

精确称取三聚氰胺树脂试样 10 克，盛于 250 毫升的烧杯中，置于 40~45°C 水浴锅内，加 45 毫升 2% 盐酸溶液，不断搅拌 3—4 小时，然后取出烧杯静置过夜，溶液应有兰色的闪光发生，并且不应有杂质沉渣产生。

工业干酪素

内蒙企标

本标准适用于以脱脂乳经盐酸、乳酸酸化凝固干燥而制成的粒状干酪素。

一、原 料

1. 供制精一级干酪素之脱脂乳,含脂肪应低于0.03%;
普特级干酪素之脱脂乳,含脂肪应低于0.05%。普一级干酪素之脱脂乳,含脂肪应低于0.07%

2. 所用盐酸为工业品。盐酸不得含有机械混杂物和尘介。

二、技术条件

3. 干酪素物理指标应符合下列要求:

项 目	精 一 级	普 特 级	普 一 级	普 二 级
1 颜色	完全均匀的白色或淡黄色。		不均匀的深黄色,允许有少量的带颜色颗粒。	
2 外观	多孔的或坚实的不拘形状的干燥颗粒,不允许有粘着的颗粒。		多孔的或坚实的不拘形状的干燥颗粒,允许有少量粘着的但不大于5毫米的颗粒。	

3	颗粒大小	最大直径不大于 2 毫米	最大直径不大于 5 毫米
4	纯度	无机械杂质	允许有少量的机械杂质

4. 干酪素的化学指标应符合下列要求:

项 目	精一级	普特级	普一级	普二级
(一) 水份不大于 %	10	10	12	12
(二) 脂肪不大于 %	1.0	1.5	2.5	4.0
(三) 灰分不大于 %	1.5	2.5	3.2	4.0
(四) 酸度不大于 T°	60	60	100	150

注: ①酸度 (T°), 系100克干酪素所消耗0.1N 氢氧化钠溶液的毫升数。

②对于特殊情况的规定: 若用户同意, 乳酸法酸度指标可执行下列要求:

普特级90T°以下; 普一级150T°以下; 普二级180T°以下。

三、取样与检验

5. 产品应编批, 每批应由同一级干酪素组成。

6. 由每批产品中抽出10%的件作检查用, 从检查件中取不少于 100 克作试样。

7. 将所取的试样搅拌均匀, 然后装入干燥的瓶中, 送到理化室进行理化分析。根据分析结果, 确定该批产品的级别。

四、试验方法

8. 颜色的测定：用干燥的刻度试管，量取1—2毫升试样散到展开的白胶版纸上，用针将不同于白色或淡黄色的颗粒挑选出，放入试管中量其容积。按下式计算：

$$\text{颜色均匀度}\% = \frac{G_1 \times 100}{G}$$

式中： G_1 ——选出不同于白色或淡黄色的试样（以毫升计）；

G ——试样量（以毫升计）。

9. 颗粒大小的测定：

将试样仔细混合后，量取10—20毫升倒在孔径2毫米（精一级、普特级、普一级）或5毫米（普二级）金属筛上进行筛选，应全部通过。

10. 水分的测定：

用已恒量的称量瓶称取2.0—2.5克试样（准确至0.001克），于100—105°C烘箱中干燥2小时，取出冷却30分钟后称量。再干燥1小时后取出冷却再称量，重复上述操作直至连续两次称量差不大于0.002克即为恒量。计算公式：

$$\text{水分}\% = \frac{(G_1 - G_2) \times 100}{G}$$

式中： G_1 ——试样加称量瓶烘前重克；

G_2 ——试样加称量瓶烘后重克；

G ——试样重克。

11. 酸的测定：

称5克经粉碎的试样（准确至0.01克）倒入烧杯中，加

50毫升水，于45°C的水浴上加热30分钟（也可在18—20°C温度下放4—5小时），再加50毫升水，将烧杯内溶物仔细混匀，以干滤纸过滤，取滤液50毫升于锥形瓶中，加5滴1%酚酞指示剂，以0.1N的氢氧化钠标准溶液滴定，直至1分钟内粉红色不消失为终点。计算公式：

$$\text{酸度 (T}^\circ) = \frac{N \cdot V}{G \times \frac{50}{100}} \times 100 = N \cdot V \cdot 400$$

式中：N——滴定用氢氧化钠的实际浓度；

V——滴定50毫升溶液时，所消耗的氢氧化钠的毫升数；

G——试样重克。

12. 灰分的测定：

用恒重坩埚称取1~1.5克粉碎试样（准确至0.01克）在通风处小心的先于低温炭化，逐渐升高温度至黑烟不发生为止，挥发物完全除掉后，移入马弗炉中，于500—600°C灼烧（温度不能再高），至呈白色或灰色即为烧好，取出冷却30分钟称重，再灼烧30分钟冷却称量，重复上述操作直至连续两次称量差不大于0.001克即为恒量。计算公式：

$$\text{灰分}\% = \frac{(G_1 - G_2) \times 100}{G}$$

式中：G₁——灰分加坩埚重克；

G₂——空坩埚重克；

G——试样重克。

注：必须仔细观察，炭化时不得有膨胀物溅出或着火。

13. 脂肪的测定:

(一) 乳脂计法:

于0.05分度的乳脂计中,注入比重1.82的硫酸10毫升,再沿乳脂计壁仔细用移液管注入8—8.5毫升水,称取3克试样(准确至0.01克)小心倒入乳脂计中,加1毫升密度为0.815的异戊醇,用干橡皮塞塞紧乳脂计的口,不要翻转乳脂计(以免干酪素颗粒掉入乳脂计计量器内),此时塞子向上,仔细摇动乳脂计,使干酪素与硫酸混合均匀,然后把乳脂计放在65—70°C的水浴上,约20分钟后将乳脂计倒置(即塞子向下),使所有的酸从乳脂计头口流出,继续加热并每隔20分钟移动一次,俟酪素全部溶解后,置分离机中(分离机转数不低于900—1000转/分钟)分离5分钟,后置于65—70°C水浴上加热5分钟后再分离5分钟后再置于65—70°C水浴上加热5分钟,取出读数(读数时,应以凹液面下边点为准,如果此点接近某一刻度时,则按此刻度的整数值计算),读数结果乘以系数3.78即得到在酪素中脂肪含量的百分数。

$$\text{系数 } 3.78 = \frac{11 \times 1.03}{3}$$

式中: 11——通常加进乳脂计中脱脂乳的毫升数;

1.03——牛乳密度;

3——试样重克。

(二) 抽脂瓶法(多特里·罗紫法):

称取试样2克(准确至0.0002克)于烧杯中,加入10毫升水,然后加入2毫升浓氨水,加热使酪素溶解,完全溶解后加入10毫升酒精稀释,冷却后将此溶液全部用乙醚洗入抽

脂瓶中（每次洗入乙醚总体积不超过10毫升），洗3次，往抽脂瓶中加入与乙醚等量的石油醚，用力混合2分钟，静置，分层后，将上部醚层放入已恒重的烧杯中（重复上述手续两次，每次加石油醚15毫升即可），将脂醚混合液置于水浴上蒸发除醚，蒸发完毕将烧杯放入100—105°C的烘箱中，烘1小时取出放入干燥器中冷却，30分钟后称量，重复上述操作，直至连续两次中称量差不超过0.0005克即为恒重，计算公式：

$$\text{脂肪含量}\% = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中：G₁——烧杯与脂肪重克；

G₂——空烧杯重克；

G——试样重克。

五、包装、标志

14. 以内衬牛皮纸和防潮纸各一层的白布袋包装干酪素。所用布袋和纸均应干燥和清洁，每袋净重为30公斤。

15. 布袋上面应有下列标记：产品名称、重量（毛重、净重）、生产日期、批号、制造厂名、产品级别等。

16. 每批产品出厂应附有合格证，合格证中应注明产品级别及各项理化指标。

六、保管、运输

17. 干酪素应保存于干燥、清洁和通风良好的库房内。

18. 干酪素运输时严禁受潮。

▲ I 溶解度的测定:

取磨碎试样50克于500毫升烧杯中。在另一烧杯中溶解7.5克硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (为干酪素量15%) 加水250毫升 (以容量瓶加) 加热至70°C 在不断搅拌下将硼砂溶液注入试样中在60—70°C 下加热15分钟。然后再添加70°C水200毫升, 不断搅拌10分钟, 静置40分钟。

将胶液倒入另一烧杯中, 供做陶土负载重用, 不溶物留于杯内, 用水冲洗至残渣清彻为止, 用已知重量滤纸过滤, 洗涤残渣, 将滤纸及残渣置于105°C烘箱中烘至恒重。

计算:

$$\text{不溶物}\% = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中: G_1 ——烘干后的残渣重, 克

G_2 ——滤纸重, 克

G ——试样重, 克

▲ I 陶土负载重的试验:

称取100克完全干燥 (在105°C下烘干) 的陶土, 加水60毫升, 搅拌成泥状, 在其中加入热至60~70°C之干酪素胶液60毫升搅拌使无块状物。

用阔约3/4吋漆刷蘸取混合物均匀涂于纸上。将已用过的混合物, 再刷于纸上。如此分别制成8%, 9%, 10%, 11%, 12%, 13%之干酪素陶土混合物刷于纸上。

将涂有干酪素陶土混合物之纸在55°C下干燥3小时, 然后取在电热板上烘至柔软火漆一块压于纸的涂层上, 迅速提起, 看有无粉或纤维粘上。分别试验8%, 9%, 10%至

能揭起纤维时为临界点。

$$\text{粘着率} = \frac{G}{G_1(\text{绝干计})} \times 100$$

$$\text{陶土负载量} = \frac{G_1}{G}$$

式中： G_1 ——瓷土重，克

G ——胶重，克

▲ 含氮量的测定：

称取样品 1 克（准确至 0.0002 克）小心放入凯氏定氮瓶中，务使试样不粘符在壁上，加入 10 克硫酸钾和 1 克硫酸铜（或 0.6 克氧化铜），量取浓硫酸 20 毫升仔细沿壁流入瓶底，瓶口置一玻璃漏斗，把瓶放在电炉上加热使瓶成 45° 斜度，缓缓加热，当溶液内无泡沫时，继续加热至沸腾，溶液由黑色逐渐转为透明，再加热半小时，冷却移入 100 毫升容量瓶中，每次用水约 10 毫升洗涤定氮瓶，将洗液一并移入容量瓶中，摇匀、冷却后用水稀至 100 毫升。

吸取上述溶液 10 毫升放入定氮仪内，加入 15 毫升 6 N 氢氧化钠，用指示剂测定是否呈碱性，若不呈碱性应再加碱液、直至成碱性，在三角瓶中放入 50 毫升 0.05 N 硫酸标准溶液及 0.1% 甲基红指示剂，同时加热蒸发气瓶，使产生蒸气，当有蒸气发生时，立即将上述三角瓶置于冷凝器下并使气体出口置于水溶液中，继续通入蒸气，蒸气很快加热溶液，并把 NH_3 带出溶液、经过定氮球通于 0.05 N 硫酸标准溶液中约 15 分钟蒸馏即可完成，取出三角瓶用 0.05 N 氢氧化钠标准溶液反滴定至黄色为终点。

$$\text{氮}\% = \frac{(NV - N_1V_1) \times 0.014}{W} \times 100 \times 10$$

式中：N —— 硫酸标准溶液当量浓度，

V —— 硫酸溶液毫升数，

N₁ —— 氢氧化钠溶液当量浓度；

V₁ —— 耗氢氧化钠溶液毫升数；

W —— 样品重，克，

0.014 —— 与 1 毫升 1 N 硫酸标准溶液相当的氮量，
克。

牛皮胶及明胶

一、取样方法

按来货总数中抽取具有代表性的样品 5 %。

二、应用的试剂及溶液

95% 酒精；

0.1N NaOH 标准溶液；

0.1N HCl 标准溶液；

1 % 酚酞指示剂

三、试验方法

1. 水分的测定

从各个胶片不同部位取约10克试样，剪成小块，混匀，精确称取具有代表性的试样 1~2 克，于已恒重的称量瓶中，置 105°C 烘箱中，烘至恒重，失去的重量即为水分。

(一般水分含量不应低于12—15%)

水分百分率按下式计算：

$$\text{水分}\% = \frac{G_1 - G}{W} \times 100$$

式中：G₁——称瓶及烘前之试样重，克；

G——空称瓶及烘后重，克；

W——试样重，克。

2. 灰分的测定

精确称取具有代表性的试样 1~2 克于已灼烧至恒重的瓷坩埚中，在低温下炭化，再移至 700~800°C 的高温炉中灼烧至恒重。

灰分百分率按下式计算：

$$\text{灰分}\% = \frac{G_1 - G}{W} \times 100$$

式中：G₁——空坩埚及灰分重量，克；

G——空坩埚重量，克；

W——绝干试样重量，克。

3. 酸碱度的测定

精确称取试样 2 克（准确至 0.0002 克）溶解于 300ml 刚煮沸的蒸馏水中，加入数滴酚酞指示剂。如溶液无色则以 0.1N NaOH 标准溶液滴至红色不退灭，即为终点。根据滴定所耗 0.1N NaOH 溶液 ml 数，计算试样的酸度。如加入酚酞指示剂后溶液现红色，则加入 0.1N HCl 标准溶液至红色退灭后再多加 5ml，再用 0.1N NaOH 标准溶液反滴定，滴至恰现红色即为终点。

酸碱度百分率按下式计算：

$$\text{酸度}\% (\text{以 } H_2SO_4 \text{ 计}) = \frac{N_1 \times V_1 \times 0.049}{W} \times 100$$

$$\text{碱度}\% (\text{以 } NaOH \text{ 计}) = \frac{(N_2 V_2 - N_1 V_3) \times 0.04}{W} \times 100$$

式中：N₁——NaOH 标准溶液当量浓度；

V₁——滴定酸度所耗 NaOH ml 数；

N₂——HCl 标准溶液当量浓度；

V_1 ——加入的 HCl ml 数;

V_2 ——滴定 HCl 所耗 NaOH ml 数;

W ——试样绝干重量, 克;

0.049——与 1ml 1N NaOH 相当的 H_2SO_4 量, 克;

0.040——与 1ml 1N HCl 相当的 NaOH 量, 克。

4. 油脂的测定

称取试样 20 克于 150ml 水中, 加热溶解之, 冷却后, 加浓 HCl 10ml, 于水浴上加热 3~4 小时, 待冷却后移入分液漏斗中, 用 50ml 苯 (二级) 萃取, 然后将苯层移入已恒重的蒸发皿中, 置水浴上蒸发至干, 在 95~100°C 烘至恒重。

油脂百分率按下式计算:

$$\text{油脂}\% = \frac{G_1 - G}{W} \times 100$$

式中: G_1 ——空蒸发皿及油脂烘后重量, 克;

G ——空蒸发皿重量, 克;

W ——试样绝干重量, 克。

5. 胶凝能力的测定:

称取 10 克粗碎的试样, 放在直径 5cm, 高 10cm 的烧杯中, 并加水于其中, 加水量以能使胶料完全膨胀为度, 经 15 小时后再加水, 加热至 75°C, 溶解胶料。加水稀释至 200ml 容积, 冷至 15°C, 经 10 分钟后, 胶料应该硬化, 将烧杯倾斜时也不应流出。

6. 非胶物的测定:

称取试样 15 克, 用 60 毫升水浸渍 12 小时后再在水浴上加

热，使其溶解，再加95%酒精使总体积为200毫升，振荡后放置6小时过滤。并用乙醚及酒精洗涤至滤液为250毫升，然后取50毫升于已称重的蒸发皿中，蒸发至干，置于102—105°C烘至恒重，称量。

$$\text{非胶物}\% = \frac{\text{残渣重}}{\text{试样重} \times \frac{50}{250}} \times 100$$

轻质碳酸钙

(HG 1—517—67)

本标准适合于橡胶、电缆、油漆、油墨、造纸、石棉、日用化学工业等用之轻质碳酸钙。

分子式： CaCO_3

分子量：100.09（按1961年国际原子量）

一、技术条件

1. 外观：白色极细的轻质粉末。
2. 沉降体积：分中轻（2.5~3毫升/克）、轻质（3~3.5毫升/克）、超轻（3.5毫升/克以上）三种规格。
3. 轻质碳酸钙应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标		
	一级品	二级品	日用化学用品
碳酸钙含量，%	≥ 98	96	98
水份含量，%	≤ 0.3	0.4	0.5
盐酸不溶物含量，%	≤ 0.1	0.2	0.1
铁铝氧化物($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$)含量，%	≤ 0.3	0.5	0.3
游离碱含量(以CaO计)，%	≤ 0.1	0.2	0.1
锰含量，%	≤ 0.0045	0.0045	—
120目筛余物，%	≤ 0	0.005	0
硫化物含量	—	—	符合检验
还原性硫含量(S)，%	≤ —	—	0.0005

注：沉降体积的规格根据用户需要分别供应。

二、检验规则

4. 轻质碳酸钙应由生产厂的技术监督部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的轻质碳酸钙都符合本标准的要求，每批出厂的轻质碳酸钙都应有一定格式的质量证明书，内容包括：产品名称、等级、出厂日期、净重及本标准编号。

5. 用户可按照第6~19条规定的检验规则和检验方法，检验所收到的轻质碳酸钙的质量，核验其指标是否符合本标准的要求。

6. 取样方法：规定每批产品数量在100包以上者，按5%取样；100包以下者，按10%取样（但不得少于5包）。试样混合后用四分法缩分到约500克，装入清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、批号、取样日期（或生产日期），以备检验。

7. 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求，应重新在该批产品中另从两倍量的包装中取样检验，重新检验结果，即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批轻质碳酸钙不能验收。

8. 每批产品建立留样制度，生产厂应保存3个月，用户保存至该料用完后一个月。

9. 当供需双方对产品质量发生异议时，可由双方协商解决。

三、检验方法

10. 水分含量的测定

在已烘干至恒重的 4×2.5 厘米的称量瓶中称取试样2

克（准确至 0.001 克），放入恒温箱内，打开称量瓶盖，在 105~110°C 下干燥 2 小时。取出移至干燥器中，盖好称量瓶盖，经 1 小时后称量，再放入恒温箱内，每隔 30 分钟取出称量一次，至前后四次重量相差不超过 0.0005 克为止。

水分含量% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——试样及称量瓶未烘前重量，克；

G_2 ——试样及称量瓶烘干后重量，克；

G ——试样重量，克。

11. 盐酸不溶物含量的测定

(1) 试剂和溶液

盐酸 1:1 溶液。

硝酸银 1% 溶液。

(2) 测定手续

称取试样 5 克（准确至 0.001 克），置于 400 毫升烧杯中，加水润湿后，徐徐加入 1:1 盐酸溶液 25 毫升，以表面皿将烧杯盖好，至不再排出二氧化碳为止。加热至沸，趁热过滤，再以热蒸馏水洗涤不溶物至洗液无氯离子（以 1% 硝酸银溶液检查）。将滤纸及沉淀物灰化后，在 850~900°C 下灼烧，并称至前后两次重量不超过 0.0005 克为止（滤液稀释至 500 毫升备用）。

盐酸不溶物含量% (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——灼烧后坩埚及不溶物重量，克；

G_2 ——坩埚重量，克；

G ——试样重量，克。

12. 铁铝氧化物含量的测定

(1) 试剂和溶液

甲基橙 0.1% 水溶液。

氨水 1:1 溶液。

硝酸铵 2% 溶液。

硝酸银 1% 溶液。

硝酸比重 1.4

(2) 测定手续

吸取第11条盐酸不溶物含量测定时制备的溶液100毫升。置于500毫升烧杯中，加硝酸数滴，煮沸2分钟。加甲基橙指示剂2滴、氯化铵3克，逐滴加入1:1氨水至溶液变黄色。煮沸并在沸腾的水浴上保温10分钟后过滤，用2%热硝酸铵溶液洗涤沉淀至无氯离子为止（以硝酸银溶液检查）。将滤纸及沉淀物灰化后在850~900°C下灼烧，并称至前后二次重量不超过0.0005克为止（滤液、洗液收集在500毫升容量瓶中，待冷却到室温后稀释至刻度，摇匀备用）。

铁铝氧化物含量 (X_9) 按下式计算：

$$X_9 = \frac{G_1 - G_2}{G \times \frac{100}{500}} \times 100$$

式中： G_1 ——灼烧后坩埚及铁铝氧化物重量，克；

G_2 ——坩埚重量，克；

G ——第11条测定时所取试样重量，克。

13. 碳酸钙含量的测定

(1) 试剂和溶液

盐酸 1:1 溶液。

草酸 10% 溶液。

草酸铵 0.1% 溶液。

硫酸 5% 溶液。

硝酸分析纯。

甲基橙指示剂 0.1% 水溶液。

高锰酸钾 0.1N 标准溶液。

(2) 测定手续

吸取第12条铁铝氧化物测定时制备的溶液 100 毫升，用甲基橙作指示剂，以 1:1 盐酸溶液酸化至呈粉红色，加热至沸，再加入 10% 草酸溶液 10 毫升，然后滴加 1:1 氨水直至溶液呈黄色为止。在水浴上保温 2 小时后，加几滴草酸铵溶液，如上层清液不显混浊则证明沉淀完全，然后以致密滤纸过滤上层清液，以 0.1% 草酸铵溶液 50 毫升将沉淀移至滤纸上，用热蒸馏水洗涤沉淀至无氯离子（以硝酸银溶液检查）。用玻璃棒将漏斗上带沉淀的滤纸刺穿，以 5% 热硫酸溶液 50 毫升（约 80°C）将沉淀洗至锥形瓶中，加热溶解（约 80°C），以 0.1N 的高锰酸钾标准溶液滴定至溶液呈粉红色为止（全部滴定过程中溶液温度不得低于 70°C）。

碳酸钙含量 (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \cdot N \times 0.05005}{G \times \frac{100}{500} \times \frac{100}{500}} \times 100 = \frac{V \cdot N \times 125}{G}$$

式中：V——消耗高锰酸钾标准溶液的体积，毫升；

N——高锰酸钾标准溶液的当量浓度；

G——第11条测定时所取试样重量，克；
0.05005——每毫克当量碳酸钙的克数。

14. 游离碱含量的测定

(1) 试剂和溶液

盐酸 0.02N 标准溶液。

酚酞 1% 乙醇溶液。

(2) 测定手续

称取试样 5 克（准确至 0.01 克），盛于 250 毫升的烧杯中，加入 100 毫升沸腾的蒸馏水，煮沸 5 分钟，趁热过滤，再用 50 毫升新煮沸而冷却的蒸馏水洗涤沉淀两次。将滤液和洗液合并，以酚酞作指示剂，用 0.02N 的盐酸标准溶液滴定至溶液红色恰消失为止。

游离碱含量% (X_s) 按下式计算：

$$X_s = \frac{V \cdot N \times 0.02804}{G} \times 100$$

式中：V——消耗盐酸标准溶液体积，毫升；

N——盐酸标准溶液的当量浓度；

G——试样重量，克；

0.02804——每毫克当量氧化钙的克数。

15. 锰含量测定 略

16. 筛余物的测定

(1) 仪器

筛子：120目。

毛刷：羊毛排笔。

(2) 测定手续

称取试样 10 克（准确至 0.01 克），平铺于 120 目筛子内，

用毛刷往返刷擦使粉末易于通过，最后将留于筛内的筛余物移入已知重量的表面皿内称量。

120目筛余物% (X_0)按下式计算：

$$X_0 = \frac{G_1}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——120目筛余物重量，克；

G ——试样重量，克。

17. 硫化物含量的测定 略

18. 还原性硫含量的测定略

19. 沉降体积的测定

(1) 仪器

100毫升带磨口塞量筒。

(2) 测定手续

称取碳酸钙试样10克（准确至0.01克），放入预先盛有50毫升水的带磨口塞的量筒中，待试样完全浸透后，加水至100毫升刻度处，振荡3分钟，置于无振动处3小时后记录沉淀物所占的容积。

四、包装、标志、贮存和运输

20. 轻质碳酸钙用布袋或玻璃丝浸胶袋及三层牛皮纸袋包装。每袋净重可为50公斤、40公斤、25公斤。

21. 每批包装好的成品（袋）内都应附有质量证明书。证明书内容包括：生产厂名称、产品名称、产品等级、槽车号或批号、生产日期、出厂日期、产品净重、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

22. 包装容器上应涂刷牢固的标志，其内容包括：生产

厂名称、产品名称、生产日期、批号和净重。

23. 产品避免与酸接触，包装袋不得破损，以免杂质混入。产品应防止受潮，仓库必须清洁通风，不能与地面接触，并需离墙0.5米。

24. 产品运输时须有遮盖物，以免潮湿。

苏州手选高岭土

(JC 88—65)

本标准适用于苏州高岭土各级手选产品。

一、使用范围

1. 各级手选高岭土分别用于无线电、高频瓷、电瓷、搪瓷、建筑瓷、日用瓷及耐火材料工业，亦可用于橡胶、造纸、塑料等工业作填料，详见表1。

表1

级 别	使 用 范 围
特 级	无线电元件等
一 级	无线电陶瓷、光学玻璃坩埚、高级搪瓷、高级纸张、高频瓷、高压电瓷、釉彩等
二 级	造纸、橡胶、高级日用瓷、高级建筑卫生陶瓷、高频瓷、高压电瓷、抛光涂料等
三 级	高压电瓷、建筑卫生陶瓷、日用瓷、玻璃坩埚、化工、填料等
四 级	化工陶瓷、制钵、耐火材料、石墨坩埚等

二、技术要求

2. 化学成分及物理性能

手选高岭土之化学成分与物理性能应符合于表2~4所

列指标。

(1) 化学成分:

表 2

成 分	指 标, %				
	特 级	一 级	二 级	三 级	四 级
SiO ₂	48.0	48.0	49.0	51.0	54.0
Al ₂ O ₃	37.0	37.0	35.0	34.0	28.0
Fe ₂ O ₃	0.5	0.7	1.0	1.2	3.0
TiO ₂	0.1	0.2	0.2	0.5	—
CaO+MgO	1.0	1.0	1.5	2.0	—
K ₂ O+Na ₂ O	0.5	0.5	0.7	1.0	—
SO ₃	0.3	0.5	0.7	1.0	2.0
吸湿水	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0

(2) 外观质量:

表 3

级 别	指 标
特 级	白色块状, 无可见石英粒、石灰石及铁化合物等杂质, 在 1300°C 煅烧后为白色, 块度为 15~80 毫米
一 级	白色, 允许夹杂其他少量浅色之泥块, 无可见石英粒、石灰石及铁化合物等杂质, 1300°C 煅烧后为白色, 块度不大于 150 毫米
二 级	无可见石灰石、黄铁矿等杂质, 在 1300°C 煅烧后为白色稍带浅黄, 允许有少量斑点, 无熔疤
三 级	无可见石灰石、黄铁矿等明显杂质, 允许有少量黄色, 在 1300°C 煅烧后为白色稍带浅黄, 有少量斑点, 无熔疤
四 级	无明显石子及杂质

(3) 耐火度:

表 4

级 别	指 标, °C 不小于
特 级	1770
一 级	1770
二 级	1750
三 级	1700
四 级	1650

(4) 可塑性能:

按本标准附录规定进行测定, 具体指标不作规定。

三、验 收 规 则

3. 分析试样的采取及加工

(1) 分析试样的采取(块矿): 每批同一级产品以不超过30吨为取样单位。将块状产品堆成高度不超过1米的矿堆, 以长为1米、宽为0.5米的矩形格网将矿堆表面分成若干等份, 自矿堆左边第一条纵网线开始向右, 逢奇数线, 自下而上以奇数线结点(矩形格网横纵线之交点)为取样点, 逢偶数线, 自下而上以偶数结点为取样点, 各点在深为0.5米处取样, 每点取样重量为2公斤。

(2) 试样的加工: 将上述各点所取试样, 以木锤将大样破碎到1.5厘米以下, 混合均匀, 用四分法缩分二次, 将两次缩分后之剩余试样继续破碎到0.5厘米以下, 拌匀, 缩分一次, 剩余试样再破碎到0.15厘米, 充分拌匀, 反复缩分到最后试样为1公斤(其他试样留作物理性能试验用), 将

此 1 公斤试样再充分拌匀取 0.5 公斤送化验室，另 0.5 公斤封存，留作原始付样。化验室收到试样后，根据分析之不同要求进行试样的再加工，分析试样之粒度不得大于 0.15 毫米。

(通过 100 目筛)

(3) 粉状产品试样的采取：

粉状产品每袋净重为 50 公斤，自产品进仓时第一袋起，每隔 5 袋取试样一次，每次所取试样重量为 100 克。将每袋所取试样合并，充分拌匀，反复缩分到最后试样为 0.5 公斤，取 0.1 公斤作为分析试样送化验室，另 0.4 公斤封存，留作原始付样。

4. 试验报告

供方应在发货日起 10 天内，将规定的检验项目之试验报告寄发需方。需方接到试验报告后，应及时对产品进行验收，初次检验如不合格，使用部门应认真重新取样进行复验，当复验结果仍不符合要求时，可立即向供方提出书面意见，由供需双方协议对该产品进行处理。

5. 水分处理

需方进行验收时，如发现水分超过规定指标，该批产品不作废品。只对本批产品进行水分折算（按规定指标），给需方补足产品差额。

四、检验方法

6. 按 JC90—65 “苏州高岭土检验方法”进行。

五、包装与包装标志

7. 包装：

(1) 特、一、二级产品：以玻璃纤维乳胶袋包装，每袋净重 50 ± 1 公斤。

(2) 三级产品：用草袋包装，每袋净重 $50 \sim 80 \pm 1$ 公斤。

(3) 四级产品：散装。

(4) 除上述规定之包装方式外，如经供需双方协议，在不影响质量前提下，包装容器及重量可以改变。

8. 包装标志：

凡包装产品，均需在包装外部以印模或标笺清楚标明：

(1) 批号； (2) 产品名称及等级； (3) 工厂名称； (4) 发货日期； (5) 试样编号； (6) 产品净重。

六、运输及保管

9. 各种运输工具及产品中转堆放时，均需有防雨设备，防止产品受潮变质。

10. 凡包装产品在运输装卸中均需轻放，不得抛掷或用钩子钩扎，防止包装损坏及产品粉碎。

11. 散装产品在运输及中转堆放时，应注意运输工具及堆栈之清洁，严防煤屑、石子、黄沙、草屑等杂质混入。

附 录

本标准规定之各项技术指标应根据各级产品之不同用途，按下表规定之检验项目分别测定。

用 途	检 验 项 目
无线电元件、光学玻璃坩埚等	除 $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ 及耐火度，只有在校核试验或仲裁试验时进行测定外，其他均按表 2~3 规定项目进行。可塑性之测定由供需双方协议定期或定批进行
电瓷、日用瓷、搪瓷、建筑卫生陶瓷	进行 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 SO_3 、 H_2O 之测定及外观质量之鉴定。 $\text{CaO} + \text{MgO}$ 及耐火度为校核试验项目。可塑性之测定由供需双方协议定期或定批进行
橡胶、造纸及其他填料	进行 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 H_2O 之测定及外观质量鉴定
耐火材料及化工陶瓷等	进行 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 H_2O 之测定及外观质量之鉴定

苏州机选高岭土

(JC 89—65)

本标准适用于苏州高岭土各级机选产品。

一、使用范围

1. 各级机选高岭土分别用于搪瓷、造纸、橡胶、涂料、化工等工业，亦可用于制造各种瓷件等。

二、技术要求

2. 外观质量

- (1) 特级产品：白色无任何杂质。
- (2) 一级产品：白色略带淡黄色。
- (3) 二级产品：淡黄色、淡灰色。
- (4) 三级产品：淡黄色、灰黑色。

3. 化学成分

成 分	指 标, %			
	特 级	一 级	二 级	三 级
SiO ₂	48.0	48.0	49.0	50.0
Al ₂ O ₃	37.0	36.0	35.0	34.0
Fe ₂ O ₃	0.7	1.0	1.2	1.8
TiO ₂	0.2	0.2	0.5	—
CaO+MgO	1.0	1.0	1.5	1.5
K ₂ O+Na ₂ O	0.6	0.8	0.8	1.0
SO ₃	0.3	0.5	1.0	1.0
吸湿水	13.0	13.0	13.0	13.0

三、验收规则

4. 按 JC88—65 “苏州手选高岭土” 验收规则规定进行。

四、检验方法

5. 按 JC90—65 “高岭土检验方法” 进行。

五、包装与包装标志

6. 包装

(1) 特级、一级、二级产品：以玻璃纤维乳胶袋包装，每袋净重 50 ± 1 公斤。

(2) 三级产品：以草袋包装，每袋净重 50 ± 1 公斤。

(3) 除上述规定包装方式外，如经供需双方协议，在不影响质量的前提下，包装容器及重量可以改变。

7. 包装标志

同 JC88—65 “苏州手选高岭土”。

六、运输及保管

8. 各种运输工具及产品中转堆放时，均需有防雨设备，防止产品受潮变质。

9. 凡包装产品在运输装卸中均需轻放，不得抛掷或用钩子钩扎，防止包装损坏及产品粉碎。

附 录

本标准规定的各项技术指标，应根据各级产品之不同用

途，按 JC88—65 “苏州手选高岭土”附录中规定之检验项目分别进行测定。

半成品细度：

级 别	指 标
特 级	细度通过240目筛孔，残余物 \leq 0.5%
一 级	细度通过200目筛孔，残余物 \leq 0.5%
二 级	细度通过180目筛孔，残余物 \leq 1%
三 级	细度通过160目筛孔，残余物 \leq 1%

苏州高岭土检验方法

(JC 90-65)

1. 本标准某些项目列入了两种检验方法，在保证分析质量的前提下，供需双方可根据本单位情况选择使用。在仲裁分析时，检验方法之选择，由仲裁单位会同争议双方协商规定。仲裁试样由争议双方会同采取。

2. 本标准所列允许偶然误差范围，仅作争议双方判定分析结果之准确度而设，与其他部门无任何关系。

3. 化验室收到试样后，将试样继续加工到粒度为0.15毫米以下，用四分法或缩分器缩分，最终取100克，用磁铁除去试样中铁屑、加工铁质，其中保留50克作分析付样，备作仲裁分析。

4. 粉状产品试样送化验室后可不经加工，直接进行分析，但亦需保留50克分析付样，备作仲裁分析。

5. 可塑性及耐火度测定用试样，由粒度为0.15厘米之原始付样中取出，按规定要求进行加工。

6. 除水分、可塑性及耐火度测定外，其他检验项目所用试样系在105°C烘干之试样。

7. 每次分析时应同时进行空白试验1~2只，空白试验所用分析方法、试剂及试剂用量、分析条件等，均应与试样分析一致。

8. 本标准所用试剂，除配制基准溶液必须用一级品外，其他一律为二级或三级品（特殊规定例外）。

9. 分析过程中所指“水”或“稀释”，均系指蒸馏水或以蒸馏水稀释而言。

10. 化学分析所称试样，除特殊规定外，一律应准确到0.2毫克。沉淀或坩埚之“恒重”，系连续两次称重之差不大于0.4毫克（含量低于1%时应不大于0.2毫克）。

11. 试剂及溶液

1 N 盐酸溶液，2 % 盐酸溶液。

3 % H_2O_2 溶液。

1 % 动物胶（或明胶）。

1:1 氢氧化铵、浓氨水与等体积水混合。

10% 水杨酸指示剂。

0.02 N 乙二胺四乙酸二钠标准溶液。

0.05 N 乙二胺四乙酸二钠标准溶液。

pH=4.5 的醋酸铵—醋酸缓冲液。

0.2% 亚硝基红盐指示剂。

0.05 N 硫酸铜标准溶液。

1:1 硫酸。及 1:1 磷酸。

0.1% 甲基红指示剂。

2 N 氢氧化钠溶液。

三乙醇胺。

氰化钾 固体（或 10% 硫化钠溶液代替）。

1 % 钙指示剂。

20% 酒石酸钾钠溶液。

pH=10 的氯化铵—氢氧化铵缓冲液。

酸性铬蓝K—萘酚绿B混合指示剂。(1:2固体混匀使用)

掩避剂(I): 20毫升三乙醇胺与60毫升2 N氢氧化钠混合, 稀释到100毫升。

掩避剂(II): 100毫升pH=10的缓冲液, 加入100毫升20%的酒石酸钾钠及75毫升2 N氢氧化钠, 再加入80毫升三乙醇胺稀释到500毫升。

标准铁溶液: 此溶液1毫升 = $50r \text{ Fe}_2\text{O}_3 \cdot 1r = \frac{1}{1000} \text{ mg}$,

25%磷基水杨酸。

二氧化钛标准溶液: 此溶液1毫升 ≈ 0.1 毫克二氧化钛。

12. 水分的测定

称取800~1000克(准确到3克)试样(包括块、屑), 放于已知重量的瓷盘中, 在恒温干燥箱中, 于105~110°C烘2小时, 取出放于空气中冷却到室温, 称重, 再于105°C烘干1小时, 冷却称重, 以后每烘1小时称重一次。如此反复, 直到两次称重之差不超过3克止。

吸湿水分W(%)按下式计算:

$$W\% = \frac{G + W_1 - W_2}{G} \times 100$$

式中: G——试样原始重量;

W_1 ——空瓷盘重;

W_2 ——烘干后试样与瓷盘重。

注: 水分系指除空气中自然水分外之过剩水分。

13. 二氧化硅的测定

称取试样0.5克于30毫升银坩埚中, 加数滴无水乙醇使

试样湿润，加氢氧化钠 5~6 克，盖坩埚盖，放入低温马弗炉中，逐渐升温到 650~700°C，在此温度保持 10 分钟，取出冷却。将坩埚连盖一同放入 250 毫升烧杯中，加沸水 50 毫升左右，浸取熔块，用水及淀帚冲洗并擦净坩埚及坩埚盖。在不断搅拌下加入浓盐酸 25 毫升，将烧杯放于热电板上（或沙浴）加热蒸发，直到湿盐状取下。加入 1% 动物胶 10 毫升，用玻璃棒搅拌均匀，放置 5 分钟，加沸水 30 毫升搅拌，使盐类溶解，以中速定量滤纸过滤，滤液以 200 毫升容量瓶承接。烧杯以倾泻法用热的 2% 盐酸洗 3 次，最后将沉淀全部移到滤纸上，以淀帚擦净烧杯，冲洗干净。漏斗中沉淀继续以热的 2% 盐酸洗 8 次，然后将沉淀与滤纸一放入已知重量之瓷坩埚中，于马弗炉中低温灰化，逐渐升温到 1000°C，在此温度保持 30 分钟。取出放于干燥器中，冷却到室温，称重，将坩埚再放入马弗炉烧 15 分钟，取出冷却称重，如此反复直到恒重。

二氧化硅含量按下式计算：

$$\text{SiO}_2 \% = \frac{W_2 - W_1}{G} \times 100$$

式中：W₁——空坩埚重；

W₂——沉淀与坩埚重；

G——试样重。

注：滤液如有混浊，对下一步测定无影响。当试样中有大量锰存在时，尤其当分解试样时温度过高，由于加重了熔剂对坩埚的侵蚀，致使溶液中银离子增加，过多的银将对结果产生影响，此时可将以 2% 盐酸洗涤后之沉淀继续以 5% 硫代硫酸铵洗 5~7 次，滤液以烧杯承接（此滤液抛弃）。

允许误差：

SiO ₂ , %	绝对误差, %
<50	0.5~0.7
≥50	0.7~0.9

14. 铁铝的测定

(1) 铁铝的连续测定

将二氧化硅滤液稀释到刻度，摇匀。准确吸取20毫升于250毫升烧杯中，以水稀释到100毫升左右，放于小电炉上加热到70~80°C取下，以1:1氢氧化铵溶液中和使溶液pH=6~7（溶液出现大量混浊再过量一滴，使沉淀凝聚成絮状），立即加入1N盐酸7毫升，使沉淀溶解，加10%水杨酸指示剂2毫升，以0.02N乙二胺四乙酸二钠溶液进行滴定。溶液由紫色变为亮黄色为终点（含氧化铁较少时，溶液由粉红色或淡紫色变为无色或明亮的淡黄色）。

于上述溶液中，准确加入0.05N乙二胺四乙酸二钠溶液40毫升，及pH=4.5缓冲液20毫升，取一小块滤纸角压于玻璃棒下，盖表面皿，在电炉上（或电热板）加热煮沸2分钟，取下冷却至室温，加2毫升亚硝基红盐指示剂，以0.05N硫酸铜溶液进行滴定。溶液由黄色经翠绿到草绿色为终点。

氧化铁含量按下式计算：

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = \frac{V \times N \times 0.0399 \times 10}{G} \times 100$$

式中：N——乙二胺四乙酸二钠标准溶液当量浓度；

V——滴定所消耗0.02N乙二胺四乙酸二钠溶液的毫升数；

G——试样重；

0.0399——1N乙二胺四乙酸二钠1毫升相当的 Fe_2O_3 量，克。

氧化铝含量按下式计算：

$$\text{Al}_2\text{O}_3 \% = \frac{(N V_1 - N_2 V_2) \times 0.0255 \times 10}{G} \times 100$$

式中：N——乙二胺四乙酸二钠当量浓度；

V_1 ——加入的乙二胺四乙酸二钠体积，毫升；

N_2 ——硫酸铜标准溶液当量浓度；

V_2 ——硫酸铜标准溶液体积，毫升；

0.0255——1毫升1N乙二胺四乙酸二钠相当的 Al_2O_3 量，克。

G——试样重。

注：此法测出 Al_2O_3 实际为 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$ 含量，当试样中 TiO_2 极微时可忽略，即认为全部是 Al_2O_3 。

(2) 铁的比色测定

标准系列的制备：

用10毫升滴定管分取 Fe_2O_3 标准液0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、4.0、5.0、6.0毫升于50毫升比色管中，以水稀释到30毫升左右，加入1毫升25%磺基水杨酸，以1:1氢氧化铵中和，使溶液刚变黄色，再过量1毫升，用水稀释到刻度，搅匀备用。

试样的测定：

吸取二氧化硅滤液10毫升于50毫升比色管中，以水稀释到30毫升左右，以下同标准系列制备手续。将此溶液与标准

系列进行比较或与标准系列同时在光电比色计上进行消光度的测定，由标准曲线中查出 Fe_2O_3 的 I 数。

氧化铁的含量按下式计算：

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = \frac{C \times 2 \times 10^{-3}}{G}$$

式中：C——试样与标准系列比较或由曲线中查出 Fe_2O_3 之 r 数。

G——原试样重。

Al_2O_3 的测定与 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 连续测定同。

允许误差：

组 份	含 量, %	绝 对 误 差, %
Fe_2O_3	<0.5	0.08
	0.5~1.5	0.15
	>1.5	0.30
Al_2O_3	<25	0.5
	>25	0.5~0.7

15. 钛的测定：

标准系列的制备：

以 10 毫升滴定管分取 1 毫升 = 0.1 毫克氧化钛之氧化钛标准液 0、1、2、3、4、6、8、10 毫升于 100 毫升比色管中，以水稀释到 50 毫升，于各管中加入 1:1 硫酸 10 毫升、1:1 磷酸 2 毫升①，摇匀，再加入 3% 过氧化氢 5 毫升，显色后用水稀释到刻度，搅匀，备用。

试样的测定：

吸取二氧化硅滤液50毫升于100毫升比色管中，同上步骤顺序加入各试剂，最后稀释到刻度，搅匀。与标准系列比较或在光电比色计上进行消光度的测定②。从标准曲线中查出二氧化钛的克数

氧化钛含量按下式计算：

$$\text{TiO}_2\% = \frac{C \times 4 \times 0.0001}{G}$$

式中：C——试样与标准系列比较或由标准曲线中查出TiO₂克数；

G——试样重。

注：①磷酸对“钛黄”颜色深度有影响，标准溶液及试样中加入量必需一致。

②溶液中有盐酸存在易破坏“钛黄”，显色后必需在1~1.5小时内比色完毕。

允许误差：

TiO ₂ , %	绝对误差, %	相对误差, %
<0.1	不计	
>0.1		20~25

16. 钙镁的测定

(1) 钙的测定

吸取二氧化硅滤液100毫升于250毫升烧杯中，将溶液热至40°C左右，加入2~3滴甲基红指示剂，用1:1氢氧化铵中和，至溶液变为黄色，将溶液与沉淀一同移入200毫升容量瓶中，稀释到刻度，摇匀。将上述溶液进行干过滤，滤液以250毫升烧杯承接。

吸取滤液50毫升于250毫升烧杯中，以水稀释到100毫升左右，加掩蔽剂(I)10毫升，使溶液pH≥12，加氰化钾0.1克搅拌溶解（或加10%硫化钠溶液1毫升搅拌，放置2分钟以代替氰化钾）加入少量钙指示剂（使溶液呈明显紫红色），以0.02N乙二胺四乙酸二钠溶液进行滴定。溶液由紫红色变到纯蓝色为终点。

氧化钙含量按下式计算：

$$\text{CaO}\% = \frac{N \times V_1 \times 0.02804 \times 8}{G} \times 100$$

式中：N——乙二胺四乙酸二钠标准溶液当量浓度；

V_1 ——消耗0.02N乙二胺四乙酸二钠溶液毫升数；

G——试样重。

(2) 镁的测定

吸取同测定钙之滤液50毫升于250毫升烧杯中，以水稀释到100毫升，加掩蔽剂(I)10—15毫升，使溶液pH=10，加入0.1克氰化钾搅拌使溶解（或加入10%硫化钠溶液1毫升搅拌，放置2分钟以代替氰化钾）加入少量酸性铬蓝K-萘酚绿B混合指示剂，以0.02N乙二胺四乙酸二钠溶液进行滴定。溶液由紫红色变到钢蓝色为终点。

氧化镁的含量按下式计算：

$$\text{MgO}\% = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 0.0202 \times 8}{G} \times 100$$

式中：N——乙二胺四乙酸二钠标准溶液当量浓度；

V_2 ——0.02N乙二胺四乙酸二钠溶液消耗毫升数；

V_1 ——测定氧化钙时消耗乙二胺四乙酸二钠溶液毫升数；

G——试样重。

允许误差：

组 分	含 量, %	绝对误差, %	相对误差, %
CaO	<0.5	不计	
	≥0.5		15~20
MgO	<0.3	不计	
	≥0.3		15~20

注：本方法中测定铁、铝、钙、镁用的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度是以滴定度表示的，为了操作人员不另行标定其浓度，故将标准上的溶液改成当量溶液，计算结果也以当量浓度表示之。

滑 石 粉

上 海 企 标

本标准适用于未经化学处理矿产滑石原料，经机械粉碎，磨制成粉状物质。滑石粉主要成份是含水硅酸镁 $[H_2Mg_3(SiO_3)_4]$ ，其主要用途如下：

- 一、造纸工业，作纸浆纤维填料，增加纸张表面光滑性。
- 二、纺织，印染工业中，用作浆纱润滑剂及填料。
- 三、电缆，橡胶工业中，用作填料及防粘剂。
- 四、建筑行业，用作油毡填料之防粘剂。
- 五、陶瓷及化妆品，医药工业之原料。

一、技术条件

1. 外观——白色（至灰色）粉末富有滑性。
2. 各类滑石粉质量应符合下列要求：

滑石粉 品 名	指 标 名 称				备 注
	细 度	白 度	碳酸钙含量	酸中可溶物	
纺用粉	99.8% 通过325目	90°	≤2.5%	-0-	
1号粉	95% 通过325目	90°	≤3%	-0-	
2号粉	95% 通过325目	85°	≤4%	-0-	
3号粉	95% 通过325目	-0-	-0-	-0-	
选块粉	98% 通过325目	90°	-0-	<3%	

附注：①本产品主要控制滑石粉颗粒度及含杂质。

②其主要成份是含水硅酸镁，天然矿产品未经任何处理，所以对其主要成份系按矿产品实际含量，并不加以严格控制。

二、验收规则

3. 各类滑石粉由本厂质量检查员按照规格每批进行验收，并将产品检验结果证书交给供销科发货人员（准许将检验结果附给有关用户）。

4. 用户有权按照6~10条规定的验收规则和试验方法，检查收到的整批滑石粉的质量，核验其指标是否符合本产品标准规定的要求。

5. 每批产品重量，不超过本厂每班产量。

6. 取样方法——每批成品在总包数内抽取1%样品（上述扦样应按平均分散抽样为准）。

7. 将所取的试样仔细混和，按四分法，分取所需的试样，把取得样品，装入干燥有盖的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签，注明制造厂名、产品名称、批号、取样日期。

8. 如经试验，发现有一项指标不符合标准要求，应重新选取二倍量的样品进行试验，如仍有一项不合格，则该批产品不能验收。

三、试验方法

9. 细度测定：

(1) 主要仪器：325目标准筛，干燥箱，天平(1/1000)。

(2) 测定手续：称试样20克，置于标准筛中，用水冲筛，能通过筛孔之粉末，随水而流出，至筛片上无圆形气泡为止，然后将筛片上残余粉末，进行过滤，吸去水份，连同滤纸进行干燥，将筛余粗粒，用软笔扫入玻璃皿上称量之。

(3) 计算方法：

$$\text{细度}\% = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_1}$$

式中： G_1 ——称样重量，

G ——粗粒重量。

10. CaCO_3 含量的测定：

(1) 试剂和溶液：

高锰酸钾 0.1N 标准溶液

草酸铵 5%

浓盐酸 二级

硫酸 1:4 溶液

1:1 氨水及 10% NH_4OH 。

甲基橙指示剂 0.1%

(2) 测定手续——称取样品 2~2.5 克，置于 250ml 烧杯中，量入 20~30ml 蒸馏水，再加 10~15ml 盐酸，加热至沸，保持 15 分钟，使之溶解完全，稍冷，用倾泻法过滤，再用少量蒸馏水，洗涤残渣 2~3 次，滤入同一烧杯中，弃去残渣。在溶液中，用甲基橙作指示剂，加入 1:1 NH_4OH 至黄色，加热至沸约 2~3 分钟，静置稍冷，然后过滤，用蒸馏水洗涤 R_2O_3 物 2~3 次，弃去 R_2O_3 。

用 HCl 酸化滤液，加入 5% $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液 25~30ml，加热至 90°C ，滴入 10% NH_4OH 溶液，至 $\text{pH} \approx 4-4.5$ ，使 CaC_2O_4 沉淀，静置 1~2 小时，用定量滤纸过滤，先用倾泻法，然后用蒸馏水洗涤沉淀 2 次，再将沉淀移入滤纸中，再洗涤 4~5 次，(用 AgNO_3 溶液检定，至少呈白色沉淀为止)然后将沉淀连同滤纸，一起放入 250ml 烧杯中，加入蒸

馏水 150ml, 1:4H₂SO₄20ml, 加热至 80°C, 使CaC₂O₄溶解, 把滤纸贴在烧杯壁上, 用 0.1N KMnO₄溶液滴定至出现淡红色, 再将滤纸移入, 溶液滴定至呈粉红色, 在半分钟内不褪为终点。

(3) 计算方法:

$$\text{CaCO}_3\% = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 0.002804 \times 100 \times 1.785}{G}$$

式中: V₁——滴定试样时用去KMnO₄溶液体积(ml),
V₂——滴定空白试验时用去 KMnO₄ 溶液体积
(ml);

N——滴定用的 KMnO₄ 溶液的当量浓度,

0.002804——1ml 0.1 N KMnO₄溶液相当于 CaO 含量 (克);

G——样品重量。

四、包装、贮存和运输

11. 滑石粉用麻袋 (布袋), 纸袋包装, 每袋净重25~50kg, 袋上标明厂名, 地址, 产品名称, 规格, 净重。

12. 运输时遇雨天, 须装入带篷的汽车, 货车或轮船中。

13. 轻拿, 轻放, 储存于干燥处。

14. 在运输途中, 严禁装入煤炭车厢内。

▲ I 白度 (比色法):

将试样装入一玻璃培养皿中, 表面用玻璃板压平, 然后

与标准白度比色板进行比色。

▲ I 灼烧减量:

称取试样 1 克, 置已知重量的坩锅中于 800°C 灼烧至恒重, 其所减少的重量即为灼烧减量。

$$\text{灼烧减量}\% = \frac{\text{样品重} - \text{样品灼烧后重}}{\text{样品重}} \times 100$$

▲ II 沉降性:

称取试样 10 克于烧杯中, 加入 30 毫升蒸馏水, 搅拌混匀然后将其全部移入特制 100 毫升具有磨口玻璃塞的量筒中, (同时进行 2 份平行试验) 塞紧瓶塞, 二只量筒分别以二手紧握振荡 15 次, 然后换手再摇 15 次, 并分别放入二只盛有 $25 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 水的 1000 毫升量筒中静置, 5 分钟后观察量筒端部, 清澈水层的毫升数, 和底部沉下粗渣的毫升数。

用于制造平滑度要求高的纸张清水毫升数应不大于 10 毫升, 底部沉渣的体积应少于 12 毫升。制造一般纸张的滑石粉不必进行此项测定。

▲ III 尘埃含量的测定:

精确称取试样 1 克于容量 250 毫升烧杯中, 加蒸馏水 100 毫升, 并充分搅匀后, 用定性滤纸过滤之, 过滤时滤纸平铺于布氏漏斗上, 然后把滤纸连同试样置于尘埃测定台上 (全玻璃盖、内装 100W 灯泡), 以镊子拣出与滑石粉不同颜色的尘埃点, 其中面积大于 0.05 平方公厘者进行计算:

$$\text{尘埃含量}\text{mm}^2/\text{g} = \frac{\text{大于}0.05\text{mm}^2\text{尘埃面积总和}}{\text{试样重}}$$

标准规定出国纸张所用滑石粉尘埃含量应少于 0.6 mm^2/g

注:

① 经常只分析白度、沉降性、尘埃度和灼烧减量,如灼烧减量在 4% 以上则应测定试样碳酸钙含量,以防止影响纸张施胶。

② 测定碳酸钙含量灼烧后称量应迅速,防止氧化钙吸水。

钛 白 粉

一、取 样 方 法

1. 按来货总袋数的10%取样，小批亦不得少于三袋取样。
2. 取样总重量应不少于300克，所取样品应贮存于清洁干燥的广口瓶中，并附有标签注明产品名称，生产厂名，批号，全批重量，取样日期。

二、试 验 方 法

1. 二氧化钛的测定

(1) 试剂及仪器：

标准二氧化钛比色液：1毫升 \approx TiO₂ 1毫克

硫酸比重1.84

3%过氧化氢

硫酸铵一级

纳氏比色管50毫升或光电比色计。

(2) 操作程序：

标准比色剂的配制：准确量取每毫升含1毫克二氧化钛标准液，2毫升，4毫升，6毫升……20毫升分别注入50毫升容量瓶中，加入20毫升1:1 H₂SO₄及15毫升3% H₂O₂并加水稀释至刻度，摇匀。即为标准比色剂。用光电比色计测定时，则须将此系列标准比色剂在光电比色计上读出光密度，并将各光密度，与TiO₂含量列成纵横坐标，绘制标准曲线图。如用比色管测定则将此溶液移入比色管中。

称取试样0.25克（准确至0.0002克）于250毫升烧杯中，加入10克 (NH₄)₂SO₄及25毫升浓H₂SO₄加热并搅拌至有白

烟逸出，再继续加热 5 分钟，冷后慢慢加水稀释至体积约为 100 毫升，冷后连同残渣移入 250 毫升容量瓶中并稀释至刻度，摇匀，用干滤纸及干漏斗过滤，将滤液滤入一干燥的 500 毫升磨口三角瓶中备用。

取出滤液 10 毫升于 50 毫升容量瓶中加入 20 毫升 1:1 H_2SO_4 及 15 毫升 3% H_2O_2 ，加水稀释至刻度，摇匀备用。如用光电比色计测定，则将此溶液在光电比色计中读出光密度。如用比色管比色测定，则将此溶液移入比色管中，与标准比色管进行比色。二氧化钛含量% (X) 按下式计算

$$a. \quad X = \frac{\text{标准曲线查出TiO}_2\text{量(克)}}{W \times \frac{10}{250}} \times 100$$

$$b. \quad X = \frac{\text{标准比色剂TiO}_2\text{量(克)}}{W \times \frac{10}{250}} \times 100$$

式中：W——试样重量，克。

2. 三氧化二铁的测定：

(1) 试剂及溶液：

铁标准溶液每毫升含 0.01 毫克 Fe_2O_3 。（此溶液当日使用时配制。）

0.1N 高锰酸钾溶液

10% 硫氰酸铵溶液

(2) 操作程序：

吸取测定 TiO_2 含量的滤液 25 毫升，于 50 毫升容量瓶中，加 1~2 滴 $KMnO_4$ 及 2 毫升 NH_4CNS ，加水稀释至刻度摇匀备用。测定方法可参照烧碱中三氧化二铁含量的测定进行。

3. 二氧化硅的测定:

(1) 试剂及溶液:

浓硫酸比重1.84

硫酸1:3, 1:10

氟氢酸

(2) 操作程序:

称取钛白试样 2 克准确至 (0.0002 克) 置于 250 毫升烧杯中, 加 20 克硫酸铵, 50 毫升硫酸 (比重 1.84), 搅拌, 使其充分混合, 用表皿覆盖, 开始徐徐加热, 继再强热之, 至二氧化钛全部溶解成澄清溶液, 冷却, 在温度不超过 50°C 之下, 注意加入 100~150 毫升水稀释后, 立即过滤, 用稀硫酸 (1:20) 洗涤残渣及滤纸。将滤纸及残渣置铂坩锅中, 干燥炭化, 在 900~1000°C 下灼烧至恒重。滴加 1~2 滴硫酸 (1:3) 于铂坩锅中润湿残渣后, 再加 2~3 毫升氟氢酸, 徐徐加热, 使二氧化硅挥发, 加强热至 900~1000°C 灼烧至恒重。

二氧化硅含量 % (X) 按下式计算

$$X = \frac{(G_1 - G) \times 100}{W}$$

式中: G_1 ——未加氟氢酸前坩锅及残渣重量, 克;

G ——加氟氢酸后坩锅及残渣重量, 克;

W ——试样重量, 克。

4. 细度的测定 (湿法)

(1) 试剂及仪器

95% 乙醇溶液

325目篩子

(2) 操作程序:

称取10克样品,放在200毫升烧杯中,加入10毫升乙醇润湿之,加100毫升水,浆状物分数次倾在篩面上,然后将篩底浸在盛有水的盆中,用毛刷在篩面上轻刷,并经常振动篩网,经过水洗涤,直到盆内经常更换的洗涤水中,不含有任何 TiO_2 微粒为止。

再用蒸馏水洗涤数次,用95%乙醇溶液润湿之,放到 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 恒温烘箱中,烘2小时,再放到干燥器内冷却到室温称至恒重。

$$\text{湿篩残余物含量}\% = \frac{M}{G} \times 100$$

式中: M——篩余量克;

G——试样重,克;

注:

分析试样称量前必须先要在 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘干2小时。

质量标准要求: TiO_2 含量 $>98.5\%$

SiO_2 含量 $<0.5\%$

Fe_2O_3 含量 $<0.1\%$

细度325目篩余物 $<0.5\%$ 。

造 纸 工 业 所 用 天 然 填 料 的 特 征

填料的名称 和化学分子式	近似的化学成分 %	比重 g/cm ³	折 射 率	白度 %	含填料的纸类
高岭土(白土) $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	SiO_2 43—52, H_2O 12—15 Al_2O_3 34—42	2.2~ 2.6	1.56	80—86	印刷纸, 低级书写 纸, 铜版纸原纸, 新 闻纸和纸版。
滑石粉 $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	SiO_2 59—63, Al_2O_3 0.3—2.6, H_2O 0.6—6 MgO 27—34.5	2.6~ 2.8	1.56~ 1.57	80—89	低级书写纸, 信纸, 印刷纸, 新闻纸。
滑石 $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	SiO_2 60—62, H_2O 1.4—4.3 MgO 30—35	2.5~ 2.9	1.56	92	吸墨纸, 纸版。
天然石膏 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	CaO 32.6, H_2O 19.4 SO_3 45.5	2.3~ 2.4	1.52~ 1.59	91	书写纸, 证卷纸, 和特种用途的纸。
烧石膏(珍珠蚌壳的) CaSO_4	CaO 41.0, H_2O 0.6 SO_3 58	2.7—3	1.57~ 1.61	95—97	书写纸, 证卷纸, 和特种用途的纸。
重晶石 BaSO_4	BaSO_4 80, H_2O 20	4.3~ 4.4	1.64	—	表面涂布的特殊纸
白 堇 CaCO_3	CaCO_3 95.6, H_2O 4.4	2.2~ 2.7	1.56	90	香烟纸和印刷纸

造纸工业所用人造填料的特征

填料的名称 和化学分子式	近似的化学成分 %	比重 g/cm ³	折射率	白度 %	含填料的纸类
沉降白垩 CaCO_3	CaCO_3 95.6, H_2O 4.4	2.3	1.56	97	卷烟纸, 印刷纸
碳酸钙氢氧化镁 $\text{CaCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2$	CaCO_3 65, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 35	2.5—2.7	1.53	95—96	印刷纸, 铜版纸
碳酸镁氢氧化钙 $\text{MgCO}_3 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2$		2.5—2.7	1.54	95—96	纺织品包装纸, 书籍纸,
亚硫酸钙 $\text{CaSO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$				96	纺织品包装纸
菱镁矿 MgCO_3		3.04	1.60	98	卷烟纸
硫酸钡粉 BaSO_4		4.2—4.5	1.64	96—97	特种纸
沉淀石膏 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	CaO 32, H_2O 22, SO_3 45		1.55	95—97	书写纸, 特种纸
二氧化钛 TiO_2	TiO_2 97.5—99	3.88—4.2	2.55—2.75	97.5—98.5	证券纸, 薄纸, 印刷纸 腊纸原纸, 封面纸

钛 钡 颜 料 $\text{TiO}_2 + \text{BaSO}_4$	TiO_2 30, BaSO_4 70	4.3	1.89	94—96	证卷纸, 薄纸, 印刷纸 腊纸原纸, 封面纸
钛 钙 颜 料 $\text{TiO}_2 + \text{CaSO}_4$	TiO_2 30, CaSO_4 70	3.13	1.91	94—96	铜版纸, 仿造纸 特种纸
硫化 锌 ZnS	ZnS 95,	4	2.37	94—96	证卷纸
锌 钡 白 $\text{ZnS} + \text{BaSO}_4$	ZnS 28—30, BaSO_4 70—72,	4.3	1.84	95	薄型印刷纸
复 式 锌 钡 白 $\text{ZnS} + \text{BaSO}_4$	ZnS 50 BaSO_4 50	4.22	—	97—98	腊纸, 特种纸
ZnO 锌 白	ZnO	5.5	1.95— 2.05		特种纸

硝 酸 钠

(HG 1—524—67)

本标准适用于硝酸生产过程中尾气回收制得的硝酸钠。

分子式： NaNO_3

分子量：84.995（按1961年国际原子量）

一、技术条件

1. 外观：白色结晶，允许带浅灰色或浅黄色。
2. 硝酸钠应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标	
	一 级	二 级
硝酸钠(NaNO_3)含量(以干基计) %	> 99.3	98.5
氯化钠(NaCl)含量(以干基计) %	≤ 0.5	不规定
亚硝酸钠(NaNO_2)含量(以干基计) %	≤ 0.03	0.25
水 分	≤ 2.0	2.0
水不溶物含量(以干基计)	≤ 0.1	不规定

二、检验规则

3. 硝酸钠由生产厂的技术检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的硝酸钠都符合本标准的要求。每一批出厂的硝酸钠都应附有一定格式的质量证明书。

4. 使用单位可按照本标准规定的检验规则和检验方法, 对所收到的硝酸钠进行核验, 核验其指标是否符合本标准的要求。

5. 每批的重量规定不超过50吨。

6. 每批由2%的袋中选取试样, 小批时不得少于5袋。

7. 将选取的试样仔细混匀, 然后按四分法缩分取出500克的平均试样装入清洁干燥带磨口塞的广口玻璃瓶中, 瓶上粘贴标签注明: 生产厂名称、产品名称、取样日期和批号。

8. 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍量的包装中选取硝酸钠试样进行检验, 重新检验的结果, 即使只有一项指标不符合标准时, 则整批硝酸钠不能验收。

9. 当供需双方对产品质量发生异议时, 由双方协商解决。

三、检验方法

10. 硝酸钠含量的测定

(1) 仪器装置: 离子交换柱的安装: 将一内径16~18毫米, 长800毫米的玻璃管的一端, 装上一个上蒙两层纱布的胶皮塞, 并塞紧, 胶皮塞中间安装一个三通活塞, 即为离子交换柱。

(2) 试剂和溶液

苯乙烯型强酸性阳离子交换树脂: 16~50网目。

盐酸: 1:5溶液。

氢氧化钠：0.1N标准溶液

0.1N 氯化钠基准溶液。

亚甲基蓝。

甲基红和亚甲基蓝混合指示剂

乙醇：95%。

树脂的处理及离子交换柱的装柱：称取苯乙烯型强酸性阳离子交换树脂约 100 克，置于 500 毫升烧杯中，加入 200 毫升 1:5 盐酸，浸泡一小时并经常搅拌，将上层清液弃去，再加入盐酸重复此操作 4 ~ 5 次，最后加入 1:5 盐酸 200 毫升浸泡二十四小时。将上层清液弃去，在已准备好的离子交换柱中，倒入交换柱体积的五分之四的蒸馏水，将离子交换树脂慢慢倒入管中，同时打开活塞，使水慢慢流下，但必须保持液面高于树脂面 5 厘米左右，以保证树脂中不进入气泡直至树脂高度达 450 ~ 500 毫米为止，然后再用 1:5 盐酸以每分钟 10 毫升的流速洗至流出液中无 Fe^{+++} 为止（以硫氰酸铵检查），最后用蒸馏水洗至无酸性（用 500 毫升锥形瓶收集 250 毫升洗涤液，加入 6 ~ 8 滴混合指示剂及 1 滴 0.1N 氢氧化钠，使溶液突变为亮绿色，即认为树脂已洗至无酸性）。

0.1N 氢氧化钠溶液的配制与标定

称取氢氧化钠约 4 克，溶于 100 毫升水中，移入一升容量瓶中并稀释至刻度，摇匀后待用。

吸取 0.1N 基准氯化钠溶液 20 毫升，放入已洗至无酸性的离子交换柱中，柱下放 500 毫升锥形瓶，以承接流出液，打开活塞，以每分钟 10 毫升的流速进行交换，并以每次约 20 毫升蒸馏水进行洗涤，直至流出液体积约 250 毫升为止（注意每次洗涤时液面必须保持在树脂面上 10 ~ 20 毫米），

在锥形瓶中加入混合指示剂 6~8 滴，以 0.1N 氢氧化钠溶液进行滴定，直至溶液由紫红色突变为灰色为止。读取氢氧化钠用去的体积，并计算其当量浓度。

氢氧化钠溶液当量浓度 N 按下式计算：

$$N = \frac{N_1 \cdot V_1}{V}$$

式中： N_1 ——基准氯化钠溶液的当量浓度；

V_1 ——基准氯化钠溶液的体积，毫升；

V ——氢氧化钠溶液用去的体积，毫升。

(3) 测定手续

称取硝酸钠试样 8.5~9 克（称准至 0.0002 克）溶于水中，移入 500 毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，以移液管吸取 20 毫升试样溶液，放入已洗至无酸性的离子交换柱中，柱下用 500 毫升锥形瓶承接流出液，打开活塞，以每分钟 10 毫升的流速进行交换，并以每次约 20 毫升蒸馏水进行洗涤，直至流出液体积约 250 毫升为止（注意每次洗涤时液面必须保持在树脂面上 10~20 毫米）。在锥形瓶中加入混合指示剂 6~8 滴，以 0.1N 氢氧化钠溶液滴定，直至溶液由紫红色突变为灰色为止。

硝酸钠含量 % (X) 按下式计算：

$$X = \frac{N \cdot V \times 0.085 \times 100 \times 100}{G \times \frac{20}{500} (100 - X_1)} - 1.454 X_2 - 1.232 X_3$$

式中：N——氢氧化钠标准溶液的当量浓度；

V——滴定用去氢氧化钠标准溶液的体积，毫升；

G——硝酸钠试样的重量，克；

- X_1 ——按本标准第11条测定的水分含量，%；
 X_2 ——按本标准第13条测定的氯化钠含量，%；
 X_3 ——按本标准第14条测定的亚硝酸钠含量，%；

0.085——硝酸钠的毫克当量，克；

1.454——氯化钠换算为硝酸钠的系数；

1.232——亚硝酸钠换算为硝酸钠的系数。

11. 水分的测定

(1) 烘箱干燥法

用预先干燥并称量过的直径5厘米，高3厘米的带磨口塞的称量瓶称取硝酸钠试样约5克（称准至0.0002克），在100~105°C下干燥至恒重，移入干燥器中，冷却至室温后称量。

(2) 红外线干燥法

用预先干燥并称量过的直径5厘米，高3厘米的带磨口塞的称量瓶，称取硝酸钠试样约5克（称准至0.0002克），在200°C下干燥至恒重，移入干燥器中，冷却至室温后称量。

水分% (X_1) 按下式计算：

$$X_1 = \frac{G - G_1}{G} \times 100$$

式中： G ——硝酸钠试样的重量，克；

G_1 ——干燥后硝酸钠试样重量，克。

注：当检验结果有出入时以烘箱干燥法为准。

12. 水不溶物含量的测定

称取硝酸钠试样100克（称准至0.1克），用100毫升蒸馏水加热至试样全部溶解后，溶液用预先干燥并称至恒重的

4号玻璃过滤坩埚过滤，用热蒸馏水洗涤滤渣数次，滤液和洗液移入250毫升容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，留作氯化钠及亚硝酸钠含量测定用，将过滤坩埚于100~105°C下干燥至恒重，移入干燥器内冷却至室温后称量。

水不溶物含量% (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{G_1 \times 100}{G(100 - X_1)} \times 100$$

式中： G_1 ——滤渣重量，克；

G ——硝酸钠试样重量，克；

X_1 ——按本标准第11条测定的水分含量，%。

13. 氯化钠含量的测定

(1) 试剂和溶液

硝酸银0.1N标准溶液。

铬酸钾5%溶液。

(2) 测定手续

用移液管吸取本标准第12条中测定水不溶物后的滤液50毫升，放入250毫升锥形瓶中，加入5%铬酸钾指示剂0.5毫升，在不停摇动下，用0.1N硝酸银溶液滴定，至可观察的砖红色为终点。

氯化钠含量% (X_3) 按下式计算：

$$X_3 = \frac{V \cdot N \times 0.05845 \times 100}{G \times \frac{50}{250} (100 - X_1)} \times 100$$

式中： N ——硝酸银标准溶液的当量浓度；

V ——滴定用去硝酸银标准溶液的体积，毫升；

G ——硝酸钠试样重量，克；

X_1 ——按本标准第11条测定的水分含量，%

0.05845——氯化钠的毫克当量，克。

14. 亚硝酸钠含量的测定

(1) 试剂和溶液

硫酸1:20溶液。

高锰酸钾0.01N溶液。

(2) 测定手续

a. 测定一级品中亚硝酸钠含量：将本标准第12条测定水不溶物后的滤液注入50毫升滴定管中，另于一250毫升锥形瓶中，加入50毫升硫酸，将溶液加热至40~50°C，用0.01N高锰酸钾溶液滴定至微红色，再准确加入1毫升，然后用试样溶液滴定至微红色为止。

亚硝酸钠含量% (X_2) 按下式计算：

$$X_2 = \frac{N \times 1.00 \times 0.0345 \times 100}{G \times \frac{V}{250} \times (100 - X_1)} \times 100$$
$$= \frac{N \times 8.625 \times 100}{V \times G \times (100 - X_1)} \times 100$$

式中：N——高锰酸钾溶液的当量浓度；

V——滴定用去试样溶液的体积，毫升；

G——硝酸钠试样重量，克；

0.0345——亚硝酸钠的毫克当量，克；

X_1 ——按本标准第11条测定的水分含量，%。

b. 测定二级品亚硝酸钠含量：称取硝酸钠试样30克（称准至0.1克），溶于250毫升容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，以下手续与a项所述相同。

四、包装、标志、贮存和运输

15. 硝酸钠用三层（其中两层之间涂有沥青）牛皮纸（QB132—61）袋或塑料袋外套麻袋包装，每袋净重为50公斤。

16. 每批硝酸钠的成品都应附有一定格式的质量证明书，证明书内容包括：生产厂名称、产品名称、产品等级、批号、生产日期、出厂日期、产品净重、产品质量符合本标准要求的质量证明和本标准编号。

17. 硝酸钠包装袋上应涂刷牢固的标志，其内容包括：生产厂名称、产品名称、等级、批号、净重、危险货物包装标志（GB190—63）中的第2号氧化剂标志及运输包装指示标志（GB191—63）中的第5号、第7号“防热”“防湿”标志。

18. 硝酸钠应装在铁路棚车或其他帘篷带盖的交通工具内运输，以防雨雪。

染 料

本方法适用于沥青经分析蒸发出来的苯、酚、萘等的物质原料加工制成基本染剂、再继续加工制成的各种人造有机染料。

一、取 样 及 处 理

取具有代表性的试样10~20克盛于洁净干燥的磨塞瓶中备用。

二、仪 器、器 皿 及 试 剂

2000毫升瓷盅

800—1000毫升瓷杯 4 个

200 毫 升 纳 氏 比 色 管 一 套 (或同直径同色玻璃的量筒)

20%醋酸

漂白亚硫酸木浆, 未漂亚硫酸木浆, 机木浆

已知浓度的松香乳液及硫酸矾土液。

手抄仪一套

三、试 验 方 法

1. 染料纯度的测定

标准染液制备: 称取标准染料0.1克(准确到0.0001克)在瓷研钵中用几滴蒸馏水研调, 慢慢加入热水(温度不超过

70°C) 使变成溶液, 将溶液在热的情况下过滤于100毫升容量瓶中, 用热水洗涤之, 待溶液冷至室温后稀释至刻度备用。

(溶解碱性染料时在染料糊中加入几滴浓醋酸)

将从储料库内取出具有代表性染料试样混匀后, 称取0.1克, 如前标准溶液制备方法配成染料试液。

吸10毫升标准染液于比色管中。取另一比色管中注入10毫升染料试液。在比色计上进行比色。

若制得的0.1%的溶液深暗而不透明, 可将两个比色管中溶液用水稀释1倍。如所制备的染料试液比标准染液色浅些, 那就要修正标准溶液浓度。

例: 浓度0.1%的染料试液10毫升比标准染色浅, 则用吸管取标准染液9, 8, 7毫升分别注入三个同样玻璃同样直径的比色管内, 将三管内溶液的体积稀释成10毫升。将三根标准比色管与染料试液管进行比较, 直至标准比色管的颜色与染料试液相同为止。假设8毫升标准染液和2毫升水的比色管与染料试液的颜色相符, 则染料试液纯度计算如下:

$$8 \text{ 毫升标准染液含量} = \frac{0.1 \text{ 克}}{100 \text{ 毫升}} \times 8 \text{ 毫升} = 0.008 \text{ 克}$$

$$10 \text{ 毫升试液: } 0.008 \text{ 克} = 100 \text{ 毫升: } X$$

$$X = \frac{0.008 \text{ 克}}{10 \text{ 毫升}} \times 100 \text{ 毫升} = 0.08 \text{ 克}$$

$$\text{染料纯度} \% = \frac{0.08 \text{ 克}}{0.1 \text{ 克}} \times 100 = 80 \%$$

因此所测染料纯度80%, 含水分和杂质20%。

2. 染料悬浮液浓度的测定:

每次染料溶解后, 从分散器中取悬浮液100毫升, 置烧

杯中混匀后吸取 1 毫升放入 250 毫升烧杯中，加水稀释到与标准染液浓度 0.1% 接近。然后按“1”染料纯度测定进行比色。

例：规定的悬浮液浓度为 17%。取 1 毫升加水（温度 70°C）稀释到 170 毫升，即为 0.1% 浓度。

如悬浮液比标准染液颜色深。则用吸管各取 1 毫升悬浮液放入三个或更多的比色管中，加水稀释，使每个比色管中的水量逐个增加 10 毫升（使比色管中溶液的体积为 180, 190, 200 毫升等）。将标准染液与制得的悬浮试样进行比色，至色相相同为止。然后计算悬浮液浓度。

若稀释到 190 毫升的溶液与标准染液相同，那么溶液的浓度即 0.1%：

$$100:0.1=190:X$$

$$X = \frac{190 \text{ 毫升} \times 0.1 \text{ 克}}{100 \text{ 毫升}} = 0.19 \text{ 克染料}$$

$$\text{原悬浮液浓度 \%} = \frac{0.19 \text{ 克}}{1 \text{ 毫升}} \times 100 = 19\%$$

如果第一次稀释后，溶液的颜色比 0.1% 的标准溶液浅，则稀释应向水量减少的方向进行，每次减少 10 毫升，即稀释到 160、150 毫升等，计算其浓度方法如前。

对使用的染料，有时失去染料外面包装说明，以致不知染料名称和类别时，则可用下列方法进行鉴别。

3. 染料由一种或两种混合组成的鉴别。

大多数染料是由两种染料以上混合而成。染料混合的目的是制造一种具有特别颜色的染料或改变某种染料颜色的色相，例如蓝和黄混合成绿色。

在50毫升烧杯中，盛入约3/4浓染液，用一张圆滤纸盖在玻杯上，滤纸的中心串一个小孔用5—6根长约10厘米的棉纱，通过滤纸的小孔棉纱线的头上打个结子，使它留在滤纸上面，将此浸入染料溶液中经过几小时后滤纸上产生一圈一圈的色彩，根据不同色彩可确定为单一染料成份或两种染料混合组成的一种染料。

4. 染料类别的测定：

根据染料性质参考表中（见注）知碱性染料与未漂浆及磨木浆有很大的亲合力。酸性染料对纸浆纤维没有直接的亲合力，需借助胶、矾媒染剂方能固定。而直接染料在中性或碱性介质中，具有能很快吸附在全化学浆上的特性故可用纤维染色的方法鉴别之。

试验时称取1克未漂亚硫酸浆三份，漂白亚硫酸浆三份，分置于6个100毫升烧杯中，各加水20毫升使成5%浓度，不断搅拌使浆分散均匀。按下表施加胶（对浆2%）矾，（对浆2.5%）（染料溶液配成0.5%浓度而对浆量为0.2%）

1. 未漂亚硫酸浆+染料
2. 未漂亚硫酸浆+染料+矾
3. 未漂亚硫酸浆+染料+胶+矾
4. 漂白亚硫酸浆+染料
5. 漂白亚硫酸浆+染料+矾
6. 漂白亚硫酸浆+染料+胶+矾

每加一种试剂应在不断搅拌下和间隔一定时间内进行。染色后，将浆洗净，压干比色。

如为酸性染料，除加胶和矾的被染色外，其余均不被染

色。直接染料则各情况均能染色。碱性染料则对未漂纸浆有较大的亲和力。

5. 色度标准纸的制备

(1) 试剂及溶液

25%松香乳液，25%硫酸矾土液。

漂白亚硫酸木浆，未漂亚硫酸木浆，磨木浆。

(2) 取样及处理

称取染料试样0.5克（准确至0.0001克）置250毫升烧杯中，用少量热水（直接染料用80~90°C热水，酸性染料用60~70°C热水）搅成糊状（若为碱性染料应加入20%醋酸1毫升）。用热水使之溶解完全，并移入500毫升容量瓶中，冷至室温，用水稀释至刻度，摇匀备用。

(3) 制备方法

取漂白亚硫酸木浆、未漂亚硫酸木浆与机械木浆等，分别经过试验室的打浆机打到一定的打浆度（不要太粘状），将其浓缩至30—35%纸浆备用。

碱性染料：称取相当绝干纸浆5克备好的未漂亚硫酸纸浆试样加水250毫升混匀后，加10毫升的染料溶液（染料是浆量的0.2%）并不断搅拌，2分钟后加入4毫升松香乳液（松香是浆量的2%）继续搅拌，2分钟后加5毫升的矾液（矾是浆量的2.5%）继续搅拌20分钟。〔若染料为“苯紫”与“刚果红”则只加1毫升矾液或使浆的酸值在5.5~6（不加胶液）将染好纸浆稀释到1500毫升，用抄纸器抄成一定量的小纸页，用吸水纸吸水后，烘干。

若同一染料做几个试验则操作手续应全同。否则影响色泽不一致。）干燥时，染色纸两面应用吸水纸保护。先将铜

网的一面靠着干燥器，然后两面依次地翻转干燥，干燥器面的温度不要超过115°C。

烘干的纸样，即为某一种染料的标准色泽纸，可用作配色纸的比较。

酸性染料：除试验原料选用50%机木浆与50%未漂亚硫酸木浆外，其余操作同上。

直接染料：除原料选用漂白亚硫酸木浆外，其余操作同上。

6. 染色配方的选择

取生产上已叩解好之湿纸浆2升左右（约相当绝干浆80克）准确分置于4个800毫升瓷杯中。在不断搅拌下进行施胶加矾等工艺。并用不同量的染料染色。胶矾等用量照实际工艺规定，但胶、矾、染加入纸浆之顺序，见附表染料性质。

每种辅料的加入应间隔一定时间和在不断搅拌下进行。将制得的四种染色纸浆在手抄仪抄成纸页压榨后干燥之。烘干后与色度标准纸样比色。（利用天然光线或日光灯下比色皆可。）

最好把纸页压光后比较，因光泽会使纸的色调有些改变。

因生产上利用回水，故生产开始加入染料一般是化验室配色分量的，80~90%。确定生产上用最好配方时可参考下列在生产条件下染色强度提高的倍数：**碱性染料——提高3倍，直接染料——1.5倍，酸性染料——0.5倍。**但同为一种性质染料染色强度提高倍数亦随染料牌号的不同而有很大的变化。

7. 染料耐光牢固性测定:

紫外线灯管 (220V、30W) 1支、置于涂白色漆料的铁皮灯内。

取100×200毫米已染色之试样,用黑色不透光的纸遮住试样的一半,置于紫外线灯管下面,灯管与纸张距离为20毫米,以紫外线直接照射另一半边没有遮住的试样,按照规定时间照射后将照射部份同未照射部份比较褪色程度。

劣等 1/2小时内褪色

平常 1/2小时内不褪色,但在1 $\frac{1}{2}$ 小时内褪色

良好 1 $\frac{1}{2}$ 小时内不褪色,但在3小时内褪色

甚好 3小时内不褪色,但在6小时内褪色

非常好 6小时内不褪色。

8. 生产过程中染色效果的检查:

在打浆机或混合池取少量浆样,挤去水分(每次挤到纸料相同的水份)。再在两块无色玻璃之间与合同样水分的标准染色样品比较。

注:各种染料的特性及使用注意事项。

碱性染料:为有机碱,对木素和氧化纤维有很大的亲和力。能使磨木浆和硬度大的化学浆、未漂亚硫酸木浆直接牢固地染上色。染未漂浆比漂白浆好,硬浆比软浆耗染量少。染混合浆(磨木浆混化学浆)造成染色不均。染棉纤维则需加媒染剂单宁酸作助染剂。

碱性染料对酸稳定,随碱变化(故硬水溶解需加醋酸)。

加入浆机遇硬水产生凝乳状悬浮体。缺点，只有加矾后浆呈弱酸性可避免，碱性染料适于不施胶纸，更适用于施胶纸。这种染料染色力强、色鲜艳、在日光及空气中易褪色。价高。染色时，应在加矾后加染料。

酸性染料：染色时呈酸性。对羊毛纤维易染色。对棉纤维及纸浆纤维没有直接的亲和力，借助媒染剂（胶、矾）固定在纤维上。染混合浆能得更均匀的染色。主要用于施胶良好的纸。这种染料：染色力弱（流失大）在冷水中易溶，染色水由内向外移动，造成纸两面染色不均，色差。耐光性强，价低。染色时应在加松香乳后加染料（不施胶纸应加矾固定）。

直接染料：不呈酸碱性，染色是在中性或碱性介质中，由吸附作用染上纤维的。但实际略加中性盐（食盐、芒硝等）能促进染料很快坚牢地和棉纤维及全化学浆染着，对磨木浆不能染色，故不宜染混合浆。

这种染料染色力弱、色差、耐日光、耐光性强于碱性染料，价低，染色时，应在加松香乳后加染料。

采用碱性与酸性染料混合染色时：两种染料分别溶解，加矾后，先加酸性染料，经5—10分钟后才加碱性染料。

采用直接和碱性染料混合染色时：两种染料分别溶解，加松香乳后立即加直接染料。而碱性染料则在加矾后加入。

采用直接和酸性染料混合染色时：可在一个槽内按染料混合物与水量之间的比例，把两种染料同时溶于80~90°C的热水中，这两种染料的混合液在加完松香乳后立即加进去。一般1份碱性染料配2—3份直接染料，或1~2份酸性染料。

硫化染料：染色牢固、价廉、色泽不好。一般不溶于水与半量硫化钠混合可溶于热水。因硫化钠对胶料有害，故应先染色，水洗后再施胶。

还原染料：耐光性最强，遇酸、碱等无影响，染色力不强、价高、用于上等纸。

生产中染料溶液制备，各种染料要分别溶解，并采用专用器皿，制备时将染料和少量水乳磨，用5—10倍的水加温85~95°C溶解（但碱性靛和碱性蓝水温应为50~60°C）。不能用直接蒸汽加热。最后稀释至不大于10克/升浓度。使用时应用200目筛子或专门的绒布过滤（碱性染料采用硬水时，应1份染料要用1份85%的醋酸，以重量计。）直接和酸性染料要冷凝水溶解。一般碱性染料存放不多于12小时，直接和酸性染料不多于24小时。

水

水的品质优良与否，对浆和纸的质量影响极大，对锅炉也有影响。现将一般制浆造纸，及锅炉用水标准列表于后，以供参考。

一般制浆造纸用水标准

水质标准	最高允许量 毫克/升			
	高级纸	新闻纸	牛皮纸	
			漂白	未漂
浊度(以 SiO_2 计)	10	50	40	100
色 度	5	30	25	100
总硬度(以 CaCO_3 计)	100	200	100	200
总碱度(以 CaCO_3 计)	75	150	75	150
含 铁 量	0.1	0.3	0.2	1.0
含 锰 量	0.05	0.1	0.1	0.5
残 氯	2.0	—	—	—
二 氧 化 硅	20	50	50	100
溶 解 物	200	500	300	500
游离二氧化碳	10	10	10	10
氯化物(以 Cl_2 计)	—	75	—	—

锅 炉 用 水 标 准

水质标准	压力 绝对大气压			附 注
	<60	60—90	>90	
硬度(毫克/升)	<1.25	<1.01	<0.5	在除气器及 给水泵之后
氧(毫克/升)	<0.03	<0.03	<0.03	
油(毫克/升)	<1	<1	<1	
pH	>7	>7	>7	

根据硬度数值，可将水分为以下几种：

极软——硬度为0~1.5毫克当量/升

软——硬度为1.5~3.0毫克当量/升

稍硬——硬度为4.5~6.5毫克当量/升

硬——硬度为6.5~11.0毫克当量/升

极硬——硬度为11.0以上毫克当量/升

一、取 样 方 法

(1) 采集水样前，应该用水样冲洗样瓶三次，再将水样收集于样瓶中，水面距瓶塞应不超过1厘米。

(2) 采集自来水应先放水数分钟，冲洗去积留在水管中的杂质，然后再收集水样。

(3) 采集井水应先将水桶冲洗干净，然后再取出井水装入水样瓶中或直接用水样瓶取样。

(4) 采集河、湖表面水样时，应该将样瓶浸入水面下20—50厘米处，再将水样装入瓶内，如水面较宽时，应在不同的地点分别采集，这样才能得到代表性的水样。

(5) 采集较深的河、湖水样时，应当用水样采集瓶采

取地面水或蓄水池水样的最简单器具是用一根杆子，用夹子在杆上固定一个取样的瓶或用一根绳子系着一个取样的玻璃瓶，将已经洗干净的金属块或者砖石紧系瓶底，另用一根绳子系在玻璃塞上，将样瓶降落到预定的深度，然后拉绳子打开瓶塞收集水样。

取好水样以后，将瓶塞塞好，并用石蜡封口。

如果不将样品转送他处，或立刻进行分析，可不封口。

二、试验方法

1. 悬浮物的测定

(1) 仪器及器皿

容量瓶1000毫升

恒温烘箱

玻璃称量瓶

定量滤纸直径9厘米

(2) 测定方法及结果计算

将9厘米的定量滤纸放入带盖的称量瓶中置于105~110°C烘箱中，烘干至恒重。取振荡均匀的水样1000毫升（如水样悬浮物大于50毫克/升时则少取水样，如小于10毫克/升则多取水样），用已称至恒重的定量滤纸过滤。最后用过滤水冲洗盛水样的容器，冲洗液滤入同一滤纸中。小心将滤纸中的悬浮物包好，置于已恒重的称量瓶中，在105—110°C烘干1小时再冷却称重，以后每烘30分钟取出称量一次直至恒重为止。

悬浮物含量毫克/升(X)按下式计算

$$X = \frac{(G_1 - G_2) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中： G_1 ——悬浮物及称瓶滤纸重量，克；

G_2 ——称量瓶及空滤纸重量，克；

V ——试样体积，毫升。

2. 溶解氧的测定

本测定方法是在碱性溶液中，氢氧化亚锰能定量地被水中的溶解氧氧化成高价的锰酸 (H_2MnO_3) 化合物。已经化合的溶解氧以锰酸的形式存在着。当溶液酸化时，则锰酸可与碘化钾作用析出碘，而后用硫代硫酸钠测定析出的碘量，便可算出溶解氧含量。

(1) 试剂及溶液

48% 硫酸锰溶液或 33% 氯化锰溶液

碱性碘化钾

硫代硫酸钠 0.01N 标准溶液

盐酸 2:1

0.5% 淀粉指示剂

(2) 测定方法及结果计算

取带塞的并已准确知其容积的 (约 200 毫升) 玻璃瓶一只，将虹吸管插入瓶中以吸取水样，虹吸管头应接近瓶底，当水样注满玻璃瓶，并连续溢出约 3 分钟后，才抽出虹吸管，同时立即将瓶塞塞上，并注意使瓶塞下无气泡。取下瓶塞，用吸管准确依次加入硫酸锰，碱性碘化钾溶液各 1 毫升，然后盖紧瓶塞，将瓶颠倒三次，使瓶中溶液充分混合并出现棕色沉淀，注意在向瓶中加入溶液时，吸管应插入瓶内液面下 $\frac{1}{2}$ 深度处才开始放出溶液，同时一面慢慢地提出吸

管，此时溶解氧已固定。再吸取 5 毫升 2:1 盐酸加入已固定的溶解氧的水样中（吸管仍应插入液面下约 $\frac{1}{3}$ 深度，此时上层溢出的部分透明液体对测定无影响）盖紧瓶塞颠倒数次使沉淀溶解，必要时亦可打开瓶塞用玻棒搅动。将溶液倾入 500 毫升锥形瓶中，用 0.01N 硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色时加入 1 毫升淀粉指示剂继续滴定至蓝色消失，用已滴定至终点的溶液清洗已固定溶解氧瓶子，并倒回锥形瓶中，此时如又出现蓝色，可继续滴入 0.01N 硫代硫酸钠至蓝色消失。

溶解氧含量毫克/升 (X) 按下式计算

$$X = \frac{V_1 \times N_1 \times 8 \times 1000}{V}$$

式中：V₁——硫代硫酸钠标准溶液体积，毫升；

N₁——硫代硫酸钠标准溶液当量浓度；

V——水样体积，毫升；

8 — 1 毫升 1N 硫代硫酸钠相当氧量，毫克。

3. 游离二氧化碳的测定

本测定方法是基于游离二氧化碳能定量地与氢氧化钠作用。

(1) 试剂及溶液

0.02 氢氧化钠标准溶液

50% 中性酒石酸钾钠

1% 酚酞指示剂

(2) 测定方法及结果计算：

为了在量取水样时不致损失二氧化碳，可将量取水样的 100 毫升吸管的下端与插入水样瓶中的虹吸管相连接，量取

水样时，先自吸管上端吸气待水样灌满吸管而且从上端溢出约100毫升时，取下吸管，使管中水样放至刻度处，即将水样注入250锥形瓶中（并注意将吸管的下端保持液面以下）水样注入锥形瓶中后，加入4滴酚酞指示剂。将瓶塞塞好，小心振荡水样，如产生红色则说明水中不含CO₂，如水样不现红色则迅速用0.02N氢氧化钠标准溶液滴定至玫瑰色，并持续5分钟不变时为准。

注：如果水样在滴入NaOH标准溶液后产生浑浊现象（硬度高或含铁量高时），则应另取水样，并于滴定前加1毫升中性酒石酸钾钠溶液，以消除干扰。

游离二氧化碳含量毫克/升(X)按下式计算：

$$X = \frac{V_1 \times N_1 \times 44 \times 1000}{V}$$

式中：V₁——0.02N氢氧化钠溶液体积，毫升；

N₁——氢氧化钠标准溶液当量浓度；

44——1毫升1N氢氧化钠相当的CO₂量，毫克；

V——水样体积，毫升。

4. 总固体物的测定

(1) 试剂及溶液

1%碳酸钠溶液

(2) 测定方法及结果计算

将100毫升蒸发皿洗净，置于105~110°C烘箱内，烘干后称至恒重。再用吸管吸取振荡均匀的水样100毫升注入蒸发皿中置水浴锅上蒸干后，移入105~110°C烘箱内，1小时后取出冷却称量，再烘30分钟称量直至恒重为止。

总固体物毫克/升(X)按下式计算：

$$X = \frac{(G_1 - G_2) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中：G₁——蒸发皿和总固体物重量，克；

G₂——蒸发皿重量，克；

V——水样体积，毫升。

注：如果水样含有大量硫酸钙，硫酸镁时 105~110°C 并不能彻底赶走此种化合物中所含的结晶水，所以就不能得到固定的重量，因此需要较高的温度 180°C 进行干燥。如果要精确地测定 180°C 时干燥的总固体物可按下法进行：

将蒸发皿在 180°C 时烘干至恒重。用吸管加入 5 毫升 1% 碳酸钠于已恒重的蒸发皿内，再用吸管取 100 毫升水样，放入加过碳酸钠的蒸发皿中搅拌混合，将蒸发皿放在水浴锅上蒸干后，再移入 180°C 烘箱内烘至恒重。

总固体物毫克/升(X)按下式计算

$$X = \frac{(G_1 - G_2 - G_3) \times 1000 \times 1000}{V}$$

式中：G₁——蒸发皿加总固体加碳酸钠重量，克；

G₂——蒸发皿重量，克；

G₃——所加碳酸钠重量，克；

V——水样体积，毫升。

5. pH 值的测定

(1) 用电位 pH 计测定之

(2) 用 pH 比色计测定之

6. 总碱度（碳酸根和重碳酸根）的测定

(1) 试剂及溶液

0.05N盐酸标准溶液

甲基橙指示剂

酚酞指示剂

(2) 测定方法及结果计算

用吸管吸取100毫升水样注入250毫升锥形瓶中，加入4滴酚酞指示剂，摇匀，用0.05N盐酸标准溶液滴定至无色，记录盐酸用量为 V_1 毫升再加入3滴甲基橙指示剂，摇匀后继续用盐酸标准溶液滴定至溶液由桔黄色变为桔红色为止，记录盐酸用量为 V_2 毫升。

总碱度毫克当量/升(X)按下式计算：

$$X = \frac{(V_1 + V_2) \times N \times 1000}{V}$$

式中：N——盐酸标准溶液体积，毫升；

V——水样体积，毫升。

7. 总硬度的测定

本测定方法是基于天然水的总硬度主要是由钙离子、镁离子的含量所决定的，因此通常测出水中钙镁之总和即为水的总硬度。在 $\text{pH} \approx 10$ 的碱性溶液中加入铬黑T指示剂形成紫色的络合物。当溶液滴定至终点时则由紫红色变为浅蓝色。

(1) 试剂及溶液

氨—氯化铵缓冲溶液 $\text{PH} \approx 10$

0.5% 络黑 T 指示剂

0.02N 乙二胺四乙酸乙钠 (EDTA) 标准溶液

(2) 测定方法及结果计算:

在测定前最好能知道水样的硬度范围再根据下表取水样:

钙镁离子总量 (毫克/升)	取水样体积(毫升)
0.5~5.0	100
5~10	50
10~20	25
20~50	10

按上表吸取水样注入250毫升锥形瓶中,加水使总体积为100毫升,加入10毫升氨—氯化铵缓冲溶液(使pH≈10)和5~10滴络黑 T 指示剂,摇匀。用0.02N EDTA 标准溶液滴定至由淡紫色经紫蓝色变为浅蓝色为止。

总硬度毫克当量/升(X)按下式计算:

$$X = \frac{V_1 \times N_1 \times 1000}{V}$$

式中: V_1 ——EDTA标准溶液体积,毫升;

N_1 ——EDTA标准溶液当量浓度

V ——水样体积,毫升。

注: 各种硬度换算法:

1德度即每十万份水中含氧化钙1份

1P. P. M. 即每百万份水中含碳酸钙1份

$$1\text{德度} = \frac{100}{56} \times 10 = 17.9 \text{ P. P. M}$$

$$= \frac{1}{100000} + \frac{0.028}{1000} = 0.357 \text{ 毫克当量/升}$$

$$1\text{P.P.M} = \frac{56}{100} \times \frac{1}{10} = 0.056\text{德度}$$

$$= \frac{1}{1000000} + \frac{0.056}{1000} = 0.02\text{毫克当量/升}$$

$$1\text{毫克当量/升} = \frac{0.028}{1000} \times 100000 = 2.8\text{德度}$$

$$= \frac{50}{1000} \times 1000000 = 50.\text{P.P.M}$$

8. 钙离子的测定

本测定方法是在溶液的 $\text{pH} = 12$ 的条件下，以紫尿酸铵作指示剂，用EDTA滴定水中的钙，到滴定终点时溶液由红色变成紫色。

(1) 试剂及溶液：

10% 氢氧化钠或氢氧化钾溶液

0.02N EDTA标准溶液

刚果红试纸

5% 紫尿酸铵指示剂

(2) 测定方法及结果计算

按照第17项取水样注入250毫升锥形瓶中，放入刚果红试纸一小块，加入1:1的盐酸进行酸化，然后摇荡，直至试纸颜色变为蓝紫色为止。再加入10%氢氧化钠或氢氧化钾使 $\text{pH} \approx 12$ ，再加入 10~15 毫克紫尿酸铵并混合均匀。然后用 0.02N EDTA标准溶液滴定至溶液由红色变成淡紫色为止。滴定后之溶液留作测定镁离子用。

钙离子 (Ca^*) 含量毫克当量/升 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{V_1 \times N_1}{V} \times 1000$$

式中： V_1 ——0.02N EDTA 标准溶液体积，毫升；

N_1 ——EDTA 标准溶液当量浓度；

V ——水样体积，毫升。

注：可用钙指示剂代替紫尿酸铵，其颜色由红色经紫色变为纯蓝色。

9. 镁离子的测定

甲、算法：从12项总硬度中减去13项中钙离子含量即得镁离子含量。

乙、EDTA法

(1) 试剂及溶液：

刚果红试纸

盐酸1:1

氨-氯化铵缓冲液pH≈10

10%氢氧化钠溶液

0.02N EDTA标准溶液

0.5%络黑T指示剂

(2) 测定方法及结果计算：

取上项定钙之溶液，用盐酸(1:1)进行中和到刚果红试纸变为蓝紫色为止，放置5—10分钟，溶液退为无色(若颜色不退时，可加热到40~50°C使之退色)。再加10%氢氧化钠溶液，使刚果红试纸刚变红。加10毫升，氨-氯化铵缓冲溶液及5~10滴络黑T指示剂。用0.02N EDTA标准

溶液滴定至溶液由淡紫红色经紫蓝色变为蓝色为止。镁离子 (Mg^{++}) 含量毫克当量/升 (X) 按下式计算:

$$X = \frac{V_1 \times N_1}{V} \times 1000$$

式中: V_1 ——0.02N EDTA标准溶液体积, 毫升;

N_1 ——EDTA标准溶液当量浓度

V——水样体积, 毫升。

10. 氯离子的测定

本测定方法是基于氯离子(Cl^-)在 pH 为 3.0—3.5 的溶液中, 用硝酸汞 [$Hg(NO_3)_2$] 滴定生成微离解的氯化高汞 [$HgCl_2$], 滴定到终点时, Hg^{++} 则与二苯基偶氮碳酰肼指示剂生成紫色汞化合物。

(1) 试剂及溶液

0.01N硝酸汞标准溶液

1%二苯基偶氮碳酰肼指示剂

1N硝酸

95%乙醇

(2) 测定方法及结果计算

吸取水样100毫升置电热板上浓缩至10毫升冷后加入20毫升乙醇, 3滴1N硝酸及10滴1%二苯基偶氮碳酰肼指示剂, 用0.01N硝酸汞标准溶液滴定至恰现紫色。

氯离子含量毫克/升 (X) 按下式计算

$$X = \frac{V_1 \times N_1 \times 35.5 \times 1000}{V}$$

式中: V_1 ——硝酸汞标准溶液体积, 毫升;

N_1 ——硝酸汞标准溶液当量浓度

35.5——1N硝酸汞标准溶液相当氯量，毫克；

V——水样体积，毫升。

11. 硫酸根的测定

本测定方法是在水样中加入过量的二氯化钡溶液，它能定量地与水样中硫酸根作用，生成硫酸钡沉淀，多余的钡离子在有镁离子存在下在 $\text{pH} \approx 10$ 的溶液中，以络黑T作指示剂，用EDTA滴定，到终点时溶液由淡紫色经紫蓝色变为浅蓝色。

(1) 试剂及溶液

盐酸1:1

10%氯化钡溶液

刚果红试纸

0.05N钡镁混合溶液

0.5%络黑T指示剂

0.02N EDTA标准溶液

(2) 测定方法及结果计算：

水样中 SO_4^{2-} 大约含量及取样体积和钡镁混合液加入量的确定：

沉淀生成情况	SO_4^{2-} 大约含量毫克/升	取样体积毫升	钡镁混合液用量，毫升
数分钟后略显浑浊	<25	50	2
加入氯化钡后立刻略显浑浊	25~50	25	2
加入氯化钡后浑浊	50~100	25	4
加入氯化钡后生成沉淀	100~200	25	7
加入氯化钡后生成大量沉淀	>200	25	10

取 5 毫升水样加 2 滴 1:1 盐酸, 加 3—4 滴 BaCl_2 溶液, 振荡均匀后, 观察沉淀生成情况并按上表确定取样体积和钡镁混合溶液的加入量。

根据上表用吸管取一定体积水样注入 250 毫升锥形瓶中并加水使其总体积为 50 毫升。滴加 1:1 盐酸至用刚果红试纸试验时试纸由红变蓝为止, 加热煮沸 1~2 分钟, 以除去二氧化碳按照上表准确加入一定量的 0.05N 钡镁混合液, 同时不断地搅拌, 然后将溶液加热至沸腾。将溶液放置 6 小时后加入 5 毫升氨-氯化铵缓冲液和 5 滴络黑 T 指示剂, 用 0.02N EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为浅蓝色, 即为终点。

硫酸根(SO_4^{2-})含量毫克/升(X)按下式计算:

$$X = \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 48.03 \times 1000}{V} + \text{总硬度} \times 48.03$$

式中: V_1 ——钡镁混合溶液用量, 毫升;

N_1 ——钡镁混合溶液当量浓度;

V_2 ——EDTA 标准溶液用量; 毫升;

N_2 ——EDTA 标准溶液当量浓度;

48.03——1 毫升 1N EDTA 相当的硫酸根量, 毫克;

V——水样体积, 毫升。

12. 铁离子的测定

本测定方法基于硫氰酸盐能与水中高铁生成一种血红色的络合物。再与标准比色剂进行比较。

(1) 试剂及溶液:

50% 硫氰酸铵或硫氰酸钾溶液

盐酸 1:1

过硫酸铵或过硫酸钾固体

标准铁比色液每毫升 ≈ 0.01 毫克Fe

(2) 测定方法及结果计算:

取水样体积应根据水中含铁量的多寡而定, 所取水样应含铁量 $0.002\sim 0.1$ 毫克之间。

取50毫升钠氏比色管一组, 分别加入 $0.2, 0.3, 0.4, 0.5\cdots\cdots 1$ 毫升, 加水稀释至刻度。

又取钠氏比色管一支, 取一定体积水样加水稀释至刻度, 再加约 0.1 克过硫酸铵($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$)以氧化低铁, 摇匀放置 $3\sim 5$ 分钟。

向水样及标准比色管中分别加入4毫升 $1:1$ 盐酸和2毫升 50% 硫氰酸铵, 摇匀, 放置 $2\sim 3$ 分钟进行比色。

总铁量(Fe)毫克/升(X)按下式计算

$$X = \frac{V_1 \times 0.01}{V} \times 1000$$

式中: V_1 ——标准铁比色液体积, 毫升;

V ——水样体积, 毫升。

0.01 ——每毫升标准铁含铁量, 毫克;

注: 也可用光电比色计进行测定, 其测定方法参照纸及纸浆中铁含量的测定方法进行。

13. 锰离子的测定

本测定方法是基于在酸性溶液中, 用过硫酸铵氧化水中的低价锰, 使成高锰酸, 因而出现紫色。根据显色程度与标准溶液进行比较。

(1) 试剂及溶液

标准锰比色液 1 毫升 ≈ 0.1 毫克锰

7.5% 硫酸汞混合溶液

过硫酸铵晶体：使用前一日在粉状试剂上滴入少量水使之润湿。

(2) 测定方法及结果计算：

标准比色列的制备—准确量取0.00, 0.10, 0.30, 0.50, 0.70, 0.90, 1.20, 1.50毫升标准锰比色液于250毫升锥形瓶中，各加水至约40毫升，及5毫升硫酸汞混合溶液。加热至60~70°C再各加约0.1克过硫酸铵煮沸一分钟，冷后分别移入50毫升纳氏比色管中，并用水少量冲洗锥形瓶，所有洗液亦移入比色管中，然后各加水稀释至刻度，摇匀，立即与试样进行比色。

用吸管吸取40毫升水样于250毫升锥形瓶中，加入5毫升硫酸汞混合液，加热至60~70°C，加入约0.1克过硫酸铵，煮沸一分钟，于水龙头下冷却后，移入容量50毫升纳氏比色管中，并用水漂洗锥形瓶，所有洗液亦倾入比色管中，最后加水稀释至其刻度摇匀，立即与标准比色列进行比色。

锰含量毫克/升(X)按下式计算

$$X = \frac{R}{V} \times 1000$$

式中：R——相当的标准比色列含锰量毫克。

V——水样体积毫升。

附注：①测定时所取水样不应有混浊，否则应于过滤后使用。

②如水样中含有大量的有机物，则应事先加2毫升浓硝酸及硫酸蒸发至有白烟加以破坏后，再按上操作进行。

14. 耗氧量的测定

本测定方法是在酸性溶液中进行氧化的原理，在酸性溶

液中，用过量的**高锰酸钾**在加热条件下，氧化水中的有机物，然后加入**草酸**还原多余的高锰酸钾，过量的草酸再用高锰酸钾溶液滴定，滴定的等当点由稍微过量的高锰酸钾本身的红色指示。

水中氯离子(Cl^-)含量超过**300毫克/升**时，应改用在碱性液中氧化的方法其原理为：在碱性液中，用过量的**高锰酸钾**在加热条件下氧化水中的有机物，此时七价锰还原为四价，然后加入**草酸**还原多余的高锰酸钾及四价锰，过量的草酸再用高锰酸钾滴定，滴定的等当点由稍微过量的高锰酸钾本身的红色指示。

(1) 试剂及溶液：

1:3 H_2SO_4 溶液：用**0.01N KMnO_4** 滴至略显淡红色，

0.01N草酸（或**草酸钠**）标准溶液；

0.01N高锰酸钾标准溶液；

10% NaOH溶液；

(2) 测定方法及结果计算：

酸法——取水样**100毫升**置于**250毫升锥形瓶**中加**1:3 H_2SO_4 溶液10毫升**，准确加入标准高锰酸钾溶液**10毫升**。将锥形瓶置于有石棉网电炉上加热煮沸，从沸腾开始计时，正确煮沸**10分钟**，（为防止沸腾时溶液溅出可加入几根毛细玻璃管或玻璃珠）。取下锥形瓶立即准确加入**10毫升0.01N草酸溶液**，摇匀趁热以高锰酸钾标准溶液滴至淡红色一分钟不消失为止。（滴定温度应不低于**70°C**）。

碱法——于**100毫升水样**中，加**2毫升10% NaOH溶液**，准确加入标准高锰酸钾溶液**10毫升**，加热至沸，正确煮沸**10分钟**，然后加入**1:3稀 H_2SO_4 5毫升及10毫升标准草酸**

溶液，如上法以高锰酸钾滴定之。

耗氧量毫克/升 (X) 按下式计算

$$X = \frac{(V_1 + V_2)N - V_a N_a}{V} \times 8 \times 1000$$

式中：V₁——第一次加入高锰酸钾溶液体积，毫升；

V₂——滴定时消耗的高锰酸钾溶液体积，毫升；

N——高锰酸钾标准溶液当量浓度；

V_a——加入草酸标准溶液体积，毫升；

N_a——草酸标准溶液当量浓度；

8——1毫升1N高锰酸钾溶液相当氧量，毫克；

V——水样体积，毫升。

注：①加热时为避免溶液溅出，可在沸腾后将电炉关闭，这时由于电炉仍保持很高的温度溶液可继续保持沸腾，而不溅出。若出现的气泡减少，则又重新开打电炉。

②上法测定结果受加热温度及沸腾时间的影响，故应严格遵守测定方法的规定。

③若加入高锰酸钾溶液后变为无色，则应增加高锰酸钾标准溶液用量，若加入草酸后仍显红色，则应增加草酸标准溶液使红色全部褪去。

15. 钠离子的测定

本测定方法是基于钠离子能与醋酸氧铀锌生成醋酸氧铀锌钠晶体沉淀 $((\text{UO}_2)_3\text{ZnNa}(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ 。一般水中钾钠离子不进行测定，可用计算法，除非极其必要才用此方法进行测定。但钾的含量不能超过35毫克/升。

(1) 试剂及溶液

醋酸氧铀锌溶液

醋酸氧铀锌饱和乙醇溶液

(2) 测定方法及结果计算

吸取定量的水样（约含 8 毫克钠）于硬质烧杯内，加盐酸酸化，煮沸过滤，将滤液浓缩至 10 毫升左右再在低温电热板上浓缩至 1 毫升。加入 10 毫升醋酸氧铀锌溶液，混合均匀，并静置 1 小时，然后用已知重量的 1G3 玻璃滤器过滤沉淀，沉淀用 2 毫升醋酸氧铀锌溶液冲洗 5 次，再以 2 毫升醋酸氧铀锌的饱和乙醇溶液洗涤 5 次，最后用乙醚洗涤 5 次，再微微抽气，使乙醚挥发，然后将坩埚在天秤箱内放置 10 分钟后进行称量，每隔 10 分钟称量一次直至恒重。

钠离子含量毫克/升 (X) 按下式计算：

$$X = \frac{G \times 0.01495}{V} \times 1000 = \frac{G \times 14.95}{V}$$

式中：G——沉淀重量，毫克。

V——试样体积，毫升。

0.01495——醋酸氧铀锌钠换算钠离子系数

16. 磷酸盐的测定

本测定方法是在水样中加入钼酸铵及还原剂，使生成蓝色磷钼酸化合物大致为 $((\text{MoO}_4 \cdot 4\text{MoO}_4)_2 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ 组成形式，再与磷酸二氢钾标准比色溶液比较。

(1) 试剂及溶液

1% 钼酸铵溶液 $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O})$

10% 二氯化锡溶液

磷酸二氢钾标准溶液 1 毫升 = 0.2 毫克 (PO_4^{3-})

(2) 测定方法及结果计算：

取 50 毫升钠色比色管一组，分别加入 KH_2PO_4 标准溶液 0, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0……ml，再以蒸馏水稀释至刻度。另取 50 毫升钠氏比色管一支，加水样至刻度。在

各盛标准溶液及水样的各比色管中，分别加入 2 毫升钼酸铵及 2 滴二氯化锡溶液，用玻璃棒搅拌均匀，放置 10~15 分钟后进行比色。

磷酸盐 (PO_4^{3-}) 毫克/升 (X) 按下式计算

$$X = \frac{V_1 \times 0.2 \times 1000}{V}$$

式中： V_1 ——磷酸二氢钾标准溶液用量，毫升；

V ——水样体积，毫升

0.2——每毫升磷酸二氢钾标准溶液相当磷酸根，毫克；

注：要分析锅炉水，则取样应按照如下方法进行，分析方法同前。

取样时先将锅炉水位表面上面的蒸汽的考克关住，然后将下面考克开开，放水约 3 分钟，以便冲去杂质使水样均匀，取样是用一铅桶，先用锅炉水冲洗铅桶三次，然后取水样半桶，并使之迅速冷却。再移入带塞的玻璃细口瓶中，注满至瓶口约二厘米处，塞紧瓶塞，备分析用。最好是在下面考克处接一冷凝器，使水样通过冷凝器冷却至 30°C 以下取样。

煤中全水分的测定方法

(GB 211-63)

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤的全水分测定。全水分是指试样在采取时所含水分的总量。

最大粒度不超过3mm的试样全水分测定

方法要点：称取一定重量的试样，在 $102-105^{\circ}\text{C}$ 下干燥到恒重，以所失去的重量占试样原重量的百分数作为全水分。

一、仪 器 设 备

1. 本方法需用下列仪器设备：

(1) 干燥箱：带有自动调温装置，附有鼓风机或自然通风装置，并能够保持 $102-105^{\circ}\text{C}$ 。及 $40-50^{\circ}\text{C}$ 的温度范围。

(2) 干燥器：内装干燥剂。

(3) 玻璃称量瓶：直径为70mm，高为40mm，并附有严密的磨口盖。

(4) 分析天平：精确到0.0005g。

(5) 工业天平：精确到0.1g。

二、试 验 步 骤

2. 对于送交化验室装有全水分试样的容器，首先检查

标签及容器的密封情况，并作记录。然后取下容器封口上的胶布等，并将容器拭净，用工业天平称其全重（称准到0.1g）。如果称出的重量少于标签上所记载的试样毛重，应将减少的重量算作水分损失量，并计算该量对试样净重（标签上试样毛重减去容器重）的百分数（ W_1 ）。计算试样全水分时应加入这项损失。

3. 将容器内的试样以不同的方向翻转3分钟，使其充分混合。然后将容器打开，迅速取出两份重量各为10—15g（称准到0.01g）的试样，放在带有磨口盖的玻璃称量瓶中，并轻轻振动使之铺平，试样厚度不应超过10mm。

4. 将称量瓶盖半开，置于预先加热到102—105°C的干燥箱内，褐煤和无烟煤干燥2—3小时；烟煤干燥2小时。然后将称量瓶从干燥箱中取出，立即盖上瓶盖，在空气中冷却2—3分钟后放入干燥器内，冷却到温室（约30分钟），并称重。

5. 然后进行检查性的试验，每次半小时，直到试样的减量少于0.01g时或者重量有所增加时为止。在后一种情况下，必须采用增重前的一次重量作为计算依据。

三、结果计算

6. 测定结果按下列公式计算：

$$W_Q = W_1 + \frac{G_1}{G} \cdot (100 - W_1)$$

式中：

W_Q ——试样的全水分（%）；

W_1 ——试样在运送后的失重占失重前的重量（%）；

G_1 ——试样干燥后的减量 (g)；

G ——试样的重量 (g)。

当 $W_1 > 1\%$ 时，表明试样在运送途中可能受到意外损失，因此计算结果时，不以 W_1 作为水分损失来校正全水分值，而直接算出 $\frac{G_1}{G} \cdot 100$ 作为化验室收到试样的水分。在报出结果时，将试样容器的标笈和密封情况一并报告。

最大粒度不超过13mm的试样全水分测定

方法要点：称取一定重量的试样，干燥到空气干燥状态，然后再粉碎到3mm以下，在 $102-105^\circ\text{C}$ 的干燥箱中干燥到恒重，以两次所失去的总量占试样原重量的百分数作为全水分。

四、仪 器 设 备

7. 本方法需用下列仪器设备：

(1) 干燥箱、干燥器、玻璃称瓶、分析天平、工业天平，同第1条。

(2) 方形浅盘，用镀锌铁板或铝板制成，长280mm，宽230mm，高30mm。

(3) 二分器。

(4) 粉碎机或研钵。

(5) 样铲。

五、试 验 步 骤

8. 对于送交化验室装有全水分试样的容器，首先检查

标袋及容器的密封情况，并作记录。然后取下容器封口上的胶布等，并拭净容器，用工业天平称其全重（称准到0.1g）。如果称出的重量少于标袋上试样毛重，应将减少的毛重算作水分损失量，并计算该量对试样净重（标袋上试样毛重减去容器重量）的百分数（ W_1 ）。计算试样全水分时应加入这项损失。

9. 将容器内的试样以不同的方向翻转约3分钟，使其充分混合后，打开容器，将全部试样倒在已知重量的方形浅盘中，然后称出空容器的重量，两者重量之差即为方形盘中试样的净重。

10. 将方形浅盘中的试样摊平，其厚度不得超过25mm，在45—50°C的干燥箱内干燥8小时，从干燥箱中取出浅盘，放在温室下使其完全冷却，并称重。

11. 然后将其在室温下进行自然干燥，并经常搅拌，干燥1小时后称重。其重量变化不超出前次称重的0.1%，则认为干燥完全；否则须继续进行检查性的自然干燥，每次1小时。在所有的情况下，都采用最后一次重量作为计算依据，求出试样干燥后所减轻的重量占原试样重量的百分数，作为试样的外在水分 W_{wz} 。

12. 将已干燥到空气干燥状态下的试样，用粉碎机或研钵粉碎到3mm以下，并缩分成250—300g，用以测定内在水分。

13. 试样的缩分是用二分器或人工缩分法进行。人工缩分法操作如下：将全部试样倒在方形浅盘中，仔细掺合两遍，并将试样堆成圆锥体，然后用铁铲或铁板从锥体上部向下压成厚度不超过10mm的薄层，用两条相互交叉的垂直

线，将薄层分成四个相等的扇形体，把两个对角扇形体抛弃，其余两个扇形体再重新作成圆锥体继续缩分，一直到最后剩下250—300g时为止。

14. 称取10—15g（称准到0.01g）缩分后的试样，均匀铺在称量瓶中，将瓶盖半开，在102—105°C的干燥箱内干燥1.5小时。然后将称量瓶从干燥箱中取出，盖上瓶盖，于空气中冷却2—3分钟后，放入干燥器内，冷却到室温（约30分钟），并称重。

15. 然后进行检查性的试验，每次半小时，直到试样的减量小于0.01g或重量有所增加时为止。在后一种情况下，应采用增重前的一次重量作为计算依据，求出试样干燥后的减量占干燥前重量百分数，作为内在水分 W_{NZ} 。

六、结果计算

16. 测定结果按下列公式计算：

(1) 试样的外在水分：

$$W_{WZ} = W_1 + \frac{G_1}{G} \cdot (100 - W_1)$$

式中：

W_{WZ} ——试样的外在水分（%）；

W_1 ——试样在运送后的失重占失重前重量（%）；

G_1 ——试样在干燥后的减量（g）；

G ——试样的重量（g）。

当 $W_1 > 1\%$ 时，外在水分按下式计算：

$$W'_{WZ} = \frac{G_1}{G} \cdot 100$$

在此情况下，在本条第(3)款计算全水分时应以 W'_{wz} 代替 W_{wz} 。

(2) 试样的内在水分按下式计算：

$$W_{NZ} = \frac{G_1}{G} \cdot 100$$

式中：

W_{NZ} ——试样的内在水分 (%)；

G_1 ——空气干燥试样干燥后的减量 (g)；

G ——空气干燥试样的重量 (g)。

(3) 全水分按下式计算：

$$W_Q = W_{wz} + W_{NZ} \cdot \frac{100 - W_{wz}}{100}$$

当本条第(1)款中的 $W_1 > 1\%$ 时，则：

$$W_Q = W'_{wz} + W_{NZ} \cdot \frac{100 - W'_{wz}}{100}$$

后一计算式算出的结果，在报告时应注明“未经补正水分损失的测定结果”，并将试样容器的标笺和密封情况一并报告。

七、允许误差

17. 最大粒度不超过3mm的试样和不超过13mm的试样全水分测定误差，不得超出下列规定：

全水分的范围	结果的允许误差
<20%	0.4%
≥20%	0.5%

煤的工业分析方法

(GB 212-63)

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤的水分、灰分、挥发分和固定碳的测定。

水 分 的 测 定

方法要点：称取一定重量的试样于102—105°C的干燥箱内干燥到恒重，其所失去的重量占试样原重量的百分数作为水分。

一、仪 器 设 备

1. 本方法需用下列仪器设备：

(1) 干燥箱：带有自动调温装置，内附鼓风机或自然通风设备，并能保持102—105°C。

(2) 瓷皿：内径为35mm，深度为15mm，壁厚为1.5mm，并附有密合的铝盖

(3) 分析天平：精确到0.0002g。

二、试 验 步 骤

2. 用预先称出重量（称准到0.0002g）的带盖瓷皿（或玻璃称量瓶中）称取粒度为0.2mm以下的分析试样 1 ± 0.1 g（称准到0.0002g）。然后把盖存放在干燥器中，将瓷皿放入预先加热到102—105°C的干燥箱中。无烟煤、褐煤干燥1.5—2小时，烟煤干燥1小时，从干燥箱中取出瓷皿并加

盖，在空气中冷却2—3分钟后，放入干燥器中冷却到室温（约30分钟），称重。

3. 然后进行检查性的干燥，每次30分钟，直到试样的重量变化小于0.001g或重量增加时为止。在后一种情况下要采用增重前一次重量为计算依据。保留瓷皿和试样供测定灰分用。

三、结果计算

4. 测定结果按下列公式计算：

$$Wf = \frac{G_1}{G} \cdot 100$$

式中：

Wf ——分析试样的水分（%）；

G_1 ——分析试样干燥后失去的重量（g）；

G ——分析试样的重量（g）。

灰分的测定

灰分的测定分为缓慢灰化法和快速灰化法，后一方法不作仲裁分析用。

方法要点：称取一定重量的试样，放入马弗炉内灰化，然后在 $800 \pm 20^\circ\text{C}$ 的条件下灼烧到恒重（冷却后称重）。以残留物重量占试样原重量的百分数作为灰分。

四、仪器设备

5. 本方法需用下列仪器设备：

（1）马弗炉：见11条（2）款

（2）瓷皿：同第1条第（3）款；

(3) 耐热金属或瓷板：宽度略小于炉膛宽度，长为200—250mm，厚约5mm。

五、试验步骤

缓慢灰化法

6. 将测定水分后装有试样的瓷皿盖打开（或另在瓷皿或灰皿中称取试样），将瓷皿（或灰皿）连同试样一并送入温度不超过300°C的马弗炉中，在1.5小时内使炉温逐渐升到800°C，将试样慢慢灰化，然后在800±20°C的温度下灼烧1.5—2小时。从炉中取出瓷皿（或灰皿）放在金属板上，盖上瓷皿盖，在空气中冷却约5分钟，然后放入干燥器中，冷却到室温（约30分钟），称重。

7. 然后进行检查性的灼烧，每次30分钟，直到重量变化小于0.001g为止。采取最后一次测定的重量作为计算依据。

快速灰化法

8、9略

六、结果计算

10. 测定结果按下列公式计算

$$A^f = \frac{G_1}{G} \cdot 100$$

式中：A^f——分析试样灰份（%）

G₁——恒重后灼烧残留物重量（g）

G——分析试样重量（g）

挥发分的测定

方法要点：称取一定重量的试样，在850°C的温度下，

隔绝空气加热 7 分钟，以所失去的重量占试样原重量的百分数，减去该试样的水分 (W^f)，作为挥发分。

七、仪 器 设 备

11. 本方法需用下列仪器设备：

(1) 挥发分坩埚：瓷制，高为 40mm，上口内径为 30mm，底外径为 18mm；盖的外径为 35mm，槽的外径为 29mm，外槽深为 4mm；坩埚总重量为 15—19g。

(2) 马弗炉：附有调温装置，能保持 $850 \pm 20^\circ\text{C}$ 并附有热电偶及高温表。炉前壁留有一个排气孔，炉后壁留有插热电偶的小孔，其位置应使热电偶的热接点在炉膛内能保持距炉底 20—30mm 的位置。马弗炉应有一个适当的恒温区，其中不同部位的温度波动不超过 $850 \pm 5^\circ\text{C}$ 。恒温区是在关闭的炉中，用热电偶测定的带保护管的热电偶要在半年内校对一次。

八、试 验 步 骤

12. 在预先在 850°C 恒重的带盖坩埚中称取粒度为 0.2 mm 以下的分析试样 $1 \pm 0.01\text{g}$ (称准到 0.0002g) ①，然后将坩埚加盖，轻轻振动，使其中的试样铺平，摆放在坩埚架上。

13. 将关闭的马弗炉(或立式炉、坩埚炉)，预先加热到 850°C ，打开炉口，迅速将摆好坩埚的架子送入炉内恒温区，并严闭炉口，使坩埚继续加热 7 分钟。试验开始时，炉温要发生变化，3 分钟内炉温应恢复到 $850 \pm 20^\circ\text{C}$ ②，并继续保持此温度到试验完了，否規此试验作废。

14. 从炉中取出坩埚，在空气中冷却约5分钟后，放入干燥器中，冷却到室温（约30分钟），称重。按本方法第15条的规定鉴定坩埚中的焦渣特征并计算测定结果。

九、焦渣特征分类

15. 测定挥发分时所得的焦渣特征，按下列规定加以区分：

- (1) 粉状；
- (2) 粘着——以手指轻压即碎成粉状；
- (3) 弱粘结——用手指轻压即碎成小块；
- (4) 不熔融粘结——以手指用力压才裂成小块；
- (5) 不膨胀熔融粘结——焦渣是扁平的饼，煤粒的界限不易分清，表面有银白色金属光泽；
- (6) 膨胀熔融粘结——焦渣表面有银白色金属光泽，高度不超过15mm；
- (7) 强膨胀熔融粘结——焦渣表面有银白色金属光泽，高度大于15mm。

通常为了简便起见，可用上列序号作为各种焦渣特征的代号。

十、结果计算

16. 测定结果按下列公式计算：

$$Vf = \frac{G_2}{G} \cdot 100 - Wf$$

当分析试样中碳酸盐二氧化碳(CO₂)_{T₃}^f含量 > 2%时，
则

$$V^f = \frac{G_1}{G} \cdot 100 - W^f - (CO_2)_{TS}^f$$

式中：

V^f ——分析试样的挥发分（%）；

G_1 ——分析试样加热后的减重（g）；

G ——分析试样的重量（g）；

W^f ——分析试样的水分（%）；

$(CO_2)_{TS}^f$ ——分析试样中碳酸盐二氧化碳含量（%）；

按照GB 218—63测定。

- 注：①褐煤和长焰煤应预先压饼；并切成约3mm的小块再用。
②若在3分钟内炉温不能达到 $850 \pm 20^\circ\text{C}$ 时，试验应作废，另行测定时，可把炉温升至 870°C 后再放入坩埚。

固 定 碳 的 计 算

17. 固定碳按下列公式计算：

$$C_{GD}^f = 100 - (W^f + A^f + V^f)$$

式中：

C_{GD}^f ——分析试样的固定碳（%）；

W^f ——分析试样的水分（%）；

A^f ——分析试样的灰分（%）；

V^f ——分析试样的挥发分（%）。

换 算 公 式

18. 试样基按下列公式换算：

(1) 应用基试样的灰分和挥发分：

$$X_y = X^f \cdot \frac{100 - W_y}{100 - W^f}$$

(2) 干燥基试样的灰分和挥发分:

$$X_g = X^f \cdot \frac{100}{100 - W^f}$$

(3) 可燃基试样的挥发分:

$$X_r = X^f \cdot \frac{100}{100 - W^f - A^f}$$

当试样中碳酸盐二氧化碳 $(CO_2)_{TS}^f > 2\%$ 时, 则:

$$X_r = X^f \cdot \frac{100}{100 - W^f - A^f - (CO_2)_{TS}^f}$$

式中:

W_y ——应用基试样的水分%, 按照GB211—63测定;

X_y ——应用基试样的灰分、挥发分%;

X_g ——干燥基试样的灰分、挥发分%;

X_r ——可燃基试样的挥发分%;

X^f ——分析试样的灰分、挥发分%。

工业分析各项允许误差

19. 水分的平行测定误差不得超过下列规定:

水分范围	同一化验室平行测定误差, W^f
< 5%	0.20%
5~10%	0.30%
> 10%	0.40%

20. 灰分的平行测定误差不得超过下列规定：

灰分范围	平行测定误差	
	同一化验室, A^f	不同化验室, A^s
<15%	0.20%	0.3%
15~30%	0.30%	0.5%
>30%	0.50%	0.7%

21. 挥发分的平行测定误差不得超过下列规定：

挥发分范围	平行测定误差	
	同一化验室, V^f	不同化验室, V^s
<10%	0.30%	0.5%
10~45%	0.50%	1.0%
>45%	1.00%	1.5%

▲ (I) 煤分析试样的采取及处理：

①在车或船等运输工具上于装卸时采取，必须在每车每船的上、中、下各部取等量试样。煤堆底部混有泥土、不具代表性，不宜采取。每100吨应取样50公斤。

②取完试样后，将其敲碎至25毫米，再用四分法缩分至20公斤。

③再将敲碎之煤块试样敲碎至13毫米，如用机械粉碎其最大粒度不应超过3毫米。又用四分法缩分至5公斤（留500克作分析试样。其余的，盛密封容器中留作测定全水份用，试样的制备应在二小时内完成。

④将留的500克试样平铺于纸上，使煤在空气中（或45—50°C低温中）干燥、再缩分至50克。

⑤将干燥后之50克试样，研细使全部能通过80筛目。其粒度为0.2毫米以下，备作分析用。

⑥一个试样的水份，灰份挥发份应在三日内完成，发热量等项目应在六日完成。超过此限期，应重测水分。

▲(I)如没有发热量测定器，则可根据以上测定结果按古陀公式计算之。但计算方法不作仲裁分析用。

发热量卡/克 = $82 \times \text{固定炭}\% + a \times \text{挥发份}\%$

$$V' = \frac{\text{挥发份}\%}{\text{固定炭}\% + \text{挥发份}\%}$$

式中 a 值为一变数随 v' 而变，可查下表：

v' 与 a 值对照表

v'	a	v'	a	v'	a	v'	a	v'	a
1-4	150	14	120	24	104	34	95	44	70
5	145	15	117	25	103	35	94	45	68
6	142	16	115	26	102	36	91	46	67.81
7	139	17	113	27	101	37	88	47	66.60
8	136	18	112	28	100	38	85	48	63.90
9	133	19	110	29	99	39	82	49	62.20
10	130	20	109	30	98	40	80	50	60.00
11	127	21	108	31	97	41	77	51	57.80
12	124	22	107	32	97	42	75	52	56.70
13	122	23	105	33	96	43	73		

煤的发热量测定方法

(GB 213—63)

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤的发热量测定。

方法要点：把试样放在氧弹内，在压缩氧气中燃烧，测定煤燃烧时所产生的热量，以卡/克（或千卡/公斤）表示。

本方法采用的热量单位是20度卡（=4.181焦耳）。

弹筒发热量的测定

一、试验室、仪器、试剂和材料

1. 试验室：

发热量测定应在不受阳光直射的单独一间试验室内进行。室内温度和湿度应尽可能变化小，测定发热量最适宜的室温是 $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。每一次测定中，室温变化不得大于 1°C 。因此，测定时室内禁止使用各种热源，如各种电炉、火炉、暖气等。

2. 仪器：

(1) 热量计：非断热式氧弹热量计，水当量为3000多克或2000多克。

(2) 氧弹：热量计的主要部件，必须不漏气，每年至少作一次水压试验，其耐压强度不得小于100大气压。

(3) 贝克曼温度计：最小刻度为 0.01°C 。温度计须经国家计量机关校正。

(4) 放大镜：放大倍数为 4~10，必须垂直地固定在与温度计平行的杆上，与温度计保持一定距离，放大镜只能沿杆上下移动，并应经常保持水平。

(5) 高压氧气筒。

(6) 氧气压力表：带有两个压力表，其中一个指示氧气筒内压力，要求可指示 $300\text{kg}/\text{cm}^2$ ；另一个表是指示被充氧气的氧弹的压力，要求可指示 $50\text{kg}/\text{cm}^2$ 。两个表之间必须装有减压阀。压力表每年至少经国家计量机关检查一次，以保证指示正确。各连接部分，禁止使用润滑油，必要时只能使用甘油，涂抹量不应过多。如任一连接部份被油类污染，必须用汽油或酒精洗净并风干。

(7) 铂（镍铬钢或石英）坩埚：高约 17mm，上部直径为 26~27mm，底部直径为 19~20mm；铂坩埚和镍铬钢坩埚的壁厚约 0.5mm，底厚约 0.7mm，石英坩埚的壁和底厚约 1.5mm。

3. 试剂和材料：

(1) 苯甲酸：已知热值，其热值应经国家计量机关检定。

(2) 作引火用的金属丝（铁、镍、铂、铜）：直径小于 0.2mm；将其切成长度约 80~100mm 的线段（长度依据氧弹内部构造和引火系统确定），再把等长的 10~15 根线段同时放在分析天平上称重，并计算出每根的平均重量。

(3) 氧气：不应有氢和其他可燃物，禁止使用电解氧。

(4) 石棉纸（或石棉粉）：纸厚 0.2mm 左右，预先在 800°C 灼烧 1 小时。

二、试验准备

4. 热量计水当量的测定。

热量计水当量是指与热量计具有相同的热容量的水的重量（以克计）。热量计包括水的容器、氧弹、搅拌器、温度计及其他附件等所组成的全套装置。

热量计水当量是用已知热值苯甲酸在氧弹内用燃烧的方法测定。每当操作条件有变化时，如更换或修理热量计上的零件，更换温度计，室温与上次测水当量时的室温相差超过 5°C 以及热量计移到别处等，应重新测定水当量。

(1)用玛瑙研钵将苯甲酸研细，放在称量瓶中，在盛有硫酸的干燥器中干燥，直到每克苯甲酸的重量变化不大于 0.0005 克时为止。将苯甲酸压成饼（引火线不应压在饼内），并称取 $1.0\sim 1.2\text{g}$ （称准到 0.0002g ）放入坩埚中。

(2)在氧弹中加入 10ml 蒸馏水，把盛有苯甲酸的坩埚固定在电极架上，再将一根引火线的两端固定在两个电极上，其中一段放在苯甲酸饼上，并稍高一线距离。引火线勿接触坩埚（可预先检查）。拧紧氧弹上的盖，然后通过进气管缓慢地通入氧气，直到弹内压力为 $25\sim 30$ 大气压为止，如有漏气现象，应找出原因，予以修理。

(3)将充有氧气的氧弹放入热量计的内筒中，并加入蒸馏水 $2000\sim 3000\text{g}$ （称准到 0.5g ），其加入的具体数量应根据该热量计的规定，或以水淹到氧弹进气阀螺帽高度的 $2/3$ 处为限。每次用量必须相同，如以量体积代替称重，必须按不同温度时水的比重加以校正（应事先作出校正表）。

(4)蒸馏水的温度应根据室温和外筒水温来调整，在测

定开始时，外筒水温与室温相差不得超过 0.5°C 。当使用水当量较大（如 3000g 左右）的热量计时，内筒水温比外筒水温应低 0.7°C 左右；当使用水当量较小（如 2000g 左右）的热量计时，内筒水温应比外筒水温低 1.0°C 左右

(5) 将贝克曼温度计插入内筒，使其水银球中心位于氧弹高度 $1/2$ 处，开动搅拌器，其转动速度使容器中的水迅速混合，在 10 分钟以内使内筒水温变化均匀，而水珠不溅出为限。

(6) 用放大镜观测内筒水温变化，待温度上升均匀后，开始读取温度。读取温度时应使视线、放大镜的中线和温度计水银柱表面位于同一水平上，将温度计上最小刻度估计成 10 个相等部分，读取温度值的位数如下：每半分钟的温度升高大于 0.5°C 时，观测到 0.1°C ；每半分钟的温度升高为 $0.5 \sim 0.1^{\circ}\text{C}$ 时，观测到 0.01°C ；每半分钟的温度升高小于 0.1°C 时，观测到 0.001°C 。每次读温前应开动振荡器（如热量计上没有振荡器，须用一端附有橡皮管的细棒轻轻敲击温度计，但主要阶段每半分钟升温大于 0.1°C 除外），以便克服妨碍水银升降的毛细管附着力的影响。

观测温度变化过程，共分以下三个阶段：

a 最初阶段：

这是试样燃烧以前的阶段，在这一阶段观测和记录周围环境与热量计装置（包括氧弹、内筒、温度计及搅拌器等）在试验开始温度下的热交换关系。

每隔一分钟读取温度一次，共读取六次，得出五个温度差（即五个间隔数）。

b 主要阶段：

在这个阶段，燃烧定量的试样，产生的热量传给热量计，使热量计装置的各部分温度达到均匀。

在最初阶段的最末一次读取温度的瞬间，立即按电钮点火（点火时的电压应根据引火线的粗细，经试验确定。在引火线与两极连接好后，不放入氧弹内，通电试验以引火线发红而不断为适合），然后开始读取主要阶段的温度，每半分钟读取温度一次，直到温度不再上升而开始下降的第一次温度为主要阶段。

c最终阶段：

这一阶段的目的是与最初阶段相同，是观察在试验終了温度下的热交换关系。

在主要阶段读取最后一次温度后，每半分钟读取温度一次，共读取十次。

(7) 停止观测温度后，从热量计中取出氧弹，注意缓缓开放气阀，在5分钟左右放尽气体，拧开并取下氧弹盖，量出未燃完的引火线长度，计算实际消耗的重量。随后仔细检查氧弹，如弹中有黑烟或未燃尽的试样微粒，此试验应作废；如果未发现这些情况，用热蒸馏水洗涤弹内各部分、坩埚和进气阀，将全部洗弹液和坩埚中的物质收集在洁净的烧杯中，洗弹液量应为150~200ml。

(8) 用干布将氧弹的内外表面和弹盖拭净，最好用热风将弹盖及零件吹干或风干。

(9) 将盛洗弹液的烧杯加盖煮沸5分钟，加两滴1%酚酞溶液，以1/10N氢氧化钠溶液滴定到粉红色，保持15秒不变为止。

(10) 水当量的测定结果不得少于五次，每两次间的误差

不应超过10g，如果前四次测的误差不超过5g，可以省去第五次测定，取其算术平均值，作为最后结果。

5. 水当量测定结果计算：

(1) 测定结果按下列公式计算：

$$K = \frac{Qa + Gb + 1.43c}{H((T + h) - (T_0 + h_0) + \Delta t)}$$

式中：

K——热量计的水当量 (g)；

Q——苯甲酸的热值 (cal/g)；

a——苯甲酸重量 (g)；

G——引火线的燃烧热 (cal/g)；

b——实际消耗的引火线重量 (g)；

1.43——相当于 1ml 1/10N 氢氧化钠的硝酸的生成热和溶解热；

c——滴定洗弹液所消耗的 1/10N 氢氧化钠溶液 (ml)

H——贝克曼温度计上每一度相当于实际温度的度数
(贝克曼温度计必须带有校正表，特制的热量计用温度计的 $H = 1.000^\circ\text{C}$)；

T——直接观测到的主要阶段的最终温度；

h——温度为 T 时对温度计刻度的校正；

T_0 ——直接观测到的主要阶段的最初温度；

h_0 ——温度为 T_0 时对温度计刻度的校正；

Δt ——热量计热交换校正值。

(2) 热量计热交换校正值 Δt ，用奔特公式计算：

$$\Delta t = \frac{V + V_1}{2} m + V_1 r$$

式中：

V ——在最初阶段每半分钟内温度的平均变化；

V_1 ——在最终阶段每半分钟内温度的平均变化；

m ——在主要阶段中，每半分钟温度上升不小于 0.3°C 的间隔数，第一个间隔不管升温多少，都计入 m 中；

r ——在主要阶段每半分钟温度上升小于 0.3°C 的间隔数。

(3) 记录及计算示例：

室内温度—— 22.3°C

外筒温度—— 22.5°C

内筒温度—— 21.8°C

所用苯甲酸的热值为

6329 cal/g

	0	—0.848	
	1	—.....	
	2	—0.849	
	3	—.....	
最初阶段	4	—0.850	
	5	—.....	
	6	—0.851	
	7	—.....	
	8	—0.852	
	9	—.....	
	10	—0.853	点火 m
1	—1.09		
2	—1.93		
	3	—2.39	
	4	—2.61	
主要阶段	5	—2.722	r
	6	—2.782	
	7	—2.817	
	8	—2.837	
	9	—2.849	
	10	—2.856	
	11	—2.860	
	12	—2.861	
	13	—2.862	
	14	—2.862	
	15	—2.861	
最终阶段	1	—2.860	
	2	—2.859	
	3	—2.858	
	4	—2.857	
	5	—2.856	
	6	—2.855	
	7	—2.854	
	8	—2.853	
	9	—2.852	
	10	—2.851	

$$V = \frac{0.848 - 0.853}{10} = -0.0005$$

$$V_1 = \frac{2.861 - 2.851}{10} = 0.0010$$

$$\Delta t = \frac{-0.0005 + 0.0010}{2} \times 3 + 0.0010 \times 12 = 0.01275$$

$$a = 1.1071 \text{g}$$

$$Gb = 8 \text{cal}$$

$$c = 4.01 \text{ml}$$

$$K = \frac{6329 \times 1.1071 + 8 + 1.43 \times 4.01}{2.861 - 0.853 + 0.01275}$$

$$= 3477 \text{g}$$

三、试验步骤

6. 称取粒度小于0.2mm的分析试样 1.0~1.2g (称准到0.0002g), 放于垫有石棉纸 (或压紧的石棉粉)的坩锅中, 当测定低热值或灰分大于40%的煤不易燃烧完全时, 可加入少量 (0.2g左右) 已知热值的苯甲酸。

7. 一般的煤可作粉状燃烧, 挥发分大的烟煤或褐煤作粉状燃烧时可能溅出, 故用美浓纸包样燃烧 (计算时必须减去纸的热值), 或先将试样压成饼 (压力不宜过大), 再破碎成 4~5 块, 粒度约 1~3 mm, 然后进行测定。

8. 外筒水温的规定与第 4 条 (4) 款相同, 内外筒水温差在一般情况下多选用 0.7~1.0°C 的范围。当使用水当量较大 (如 3000g 左右) 的热量计测定低热值煤时, 内筒水

温应比外筒水温低 0.5°C 左右；当使用水当量较小（如2000g左右）的热量计测定高热值煤时，水温差就应增大，有时可达 1.5°C 。

9. 其余步骤与第4条第（2）、（3）、（5）、（6）、（7）、（8）款相同。

10. 如须用氧弹法测定全硫含量以计算高位发热量时，应收集洗弹液，按G B214—63重量法测定硫，否则，可不收集。

四、结果计算和换算

11. 发热量测定结果计算：

（1）测定结果按下列公式计算：

$$Q_{DT}^f = \frac{KH((T+h) - (T_0+h_0) + \Delta t)}{G}$$

式中：

Q_{DT}^f ——用弹筒法测定的分析试样发热量（cal/g 或kcal/kg）；

G ——分析试样的重量（g）。

其余符号的意义见第5条第（1）、（2）款。

（2）可按下列公式，将分析基结果换算为干燥基和可燃基的发热量：

$$Q_{DT}^g = Q_{DT}^f \frac{100}{100 - W^f}$$

$$Q_{DT}^f = Q_{DT}^f \frac{100}{100 - W^f - A^f}$$

如果分析试样中碳酸盐的二氧化碳 $(\text{CO}_2)_{TS}^f$ 含量超过

2%时，可燃基弹筒发热量按下列公式校正：

$$Q_{DT}^r = Q_{DT}^f \frac{100}{100 - W^f - A^f - (CO_2)_{TS}^f}$$

式中：

Q_{DT}^g ——干燥基弹筒发热量 (cal/g或kcal/kg)；

Q_{DT}^f ——可燃基弹筒发热量 (cal/g或kcal/kg)；

Q_{DT}^i ——分析基弹筒发热量 (cal/g或kcal/kg)；

W^f ——分析基水分含量 (%) 按照 GB 212—63 测定；

A^f ——分析基灰分含量 (%) 按照 GB 212—63 测定；

$(CO_2)_{TS}^f$ ——分析基二氧化碳含量 (%) 按照 GB 218—63测定。

五、允许误差

12. 平行测定误差不得超过下列规定：

A* 范围 (以干燥基计灰分)	平行测定误差	
	同一化验室 Q_{DT}^f	不同化验室 Q_{DT}^f
<30%	20 cal	50 cal
>30%	30 cal	60 cal

高位发热量的测定

六、高位发热量的计算和换算

13. 高位发热量按以下公式计算：

$$Q_{GW}^f = Q_{DT}^f - (22.5S_{DT}^f + \alpha Q_{DT}^f)$$

式中：

Q_{GW}^f ——分析基高位发热量 (cal/g或kcal/kg)；

Q_{DT}^f ——分析基弹筒发热量 (cal/g或kcal/kg)
按本标准第6、7、8、9条测定；

S_{DT}^f ——氧弹燃烧法测定的硫含量 (%) 按本标准第10条的规定测定(当煤中硫含量小于4%，及煤的发热量大于3500cal/g时，可用GB 214—63测定的 S_Q^f 代替)；

22.5——每0.01g硫(相当煤中每含1%的硫)由二氧化硫生成硫酸的生成热与硫酸的溶解热之和 (cal)；

α ——硝酸的生成热和溶解热的补正系数，对无烟煤和贫煤为0.0010，对其他煤种为0.0015。

14. 可按下列公式将分析基结果换算为应用基、干燥基和可燃基的发热量：

$$Q_{GW}^y = Q_{GW}^f \frac{100 - W_y}{100 - W_f}$$

$$Q_{GW}^g = Q_{GW}^f \frac{100}{100 - W_f}$$

$$Q_{GW}^r = Q_{GW}^f \frac{100}{100 - W^f - A^f}$$

如果分析试样中碳酸盐的二氧化碳含量 $(CO_2)_{TS}^f$ 超过 2% 时, 可燃基高位发热量按以下公式校正:

$$Q_{GW}^r = Q_{GW}^f \frac{100}{100 - W^f - A^f - (CO_2)_{TS}^f}$$

式中:

Q_{GW}^y —— 应用基高位发热量 (cal/g 或 kcal/kg);

Q_{GW}^s —— 干燥基高位发热量 (cal/g 或 kcal/kg);

Q_{GW}^r —— 可燃基高位发热量 (cal/g 或 kcal/kg);

Q_{GW}^f —— 分析基高位发热量 (cal/g 或 kcal/kg);

W_y —— 应用基全水分 (%) 按 GB 211-63 测定;

$W^f, A^f, (CO_2)_{TS}^f$ —— 意义同第 11 条第 (2) 款弹筒发热量的换算。

七、低位发热量的计算和换算

15. 低位发热量按下列公式计算:

$$Q_{DW}^y = Q_{GW}^y - 6(9H_y + W_y)$$

$$Q_{DW}^s = Q_{GW}^s - 54H_s$$

$$Q_{DW}^r = Q_{GW}^r - 54H_r$$

式中:

Q_{DW}^y —— 应用基低位发热量 (cal/g 或 kcal/kg);

Q_{DW}^s —— 干燥基低位发热量 (cal/g 或 kcal/kg);

Q_{DW}^r —— 可燃基低位发热量 (cal/g 或 kcal/kg);

Q_{GW}^y 、 Q_{GW}^s 、 Q_{GW}^r ——分别为应用基、干燥基和可燃基的高位发热量(cal/g或kcal/kg)按本标准第13条计算;

H_y 、 H_s 、 H_r ——分别为应用基、干燥基和可燃基的氢含量(%)按GB476—64测定;

W_y ——应用基全水分(%)按GB211—63测定;

16. 可按下列公式,将可燃基氢含量换算为干燥基和应用基的氢含量。

$$H_s = H_r \frac{100 - A^s}{100}$$

$$H_y = H_r \frac{100 - W_y - A^y}{100}$$

式中:

H_s 、 H_y 、 H_r ——意义同第15条;

A^y 、 A^s ——分别为应用基、干燥基的灰分含量(%),按GB212—63测定;

W_y ——应用基全水分(%),按GB211—63测定。

试验结果处理

17. 弹筒发热量、高位发热量和低位发热量测定结果的计算,要准确到1cal,并四舍五入化成十位数字。

煤中全硫的测定方法

(GB 214—63)

本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤中全硫含量的测定。

方法要点：将试样与艾氏剂混合在 850°C 灼烧，生成硫酸盐，然后使硫酸根离子成硫酸钡沉淀，根据硫酸钡的重量计算全硫。

一、仪器和试剂

1. 本方法需用下列仪器：

- (1) 分析天平：精确到 0.0002g 。
- (2) 马弗炉：附有热电偶高温计 (1200°C)，能升温到 900°C ，并可调节温度，通风良好。
- (3) 瓷坩埚：容量 30ml 和 $10\sim 20\text{ml}$ 两种。

2. 本方法需用下列试剂：

(1) 艾氏剂：以2份重的三级纯轻质氧化镁与1份重的三级纯无水碳酸钠研细至小于 0.2mm ，并充分混合均匀，应保存在密闭器中。

注：本试剂所指的三级纯轻质氧化镁重量，是在 850°C 灼烧后的重量。

- (2) 盐酸：比重 1.19 ， $1:1$ 水溶液。
- (3) 氯化钡： 10% 水溶液。
- (4) 甲基橙指示剂： 0.2% 水溶液。

(5) 硝酸银：1%水溶液。

二、试验步骤

3. 精确称取粒度为0.2mm以下的分析试样1g（准确到0.0002g；全硫超过4%，称取0.5g），和2g艾氏剂仔细混合均匀，盛于30ml瓷坩埚内，再用1g艾氏剂覆盖（艾氏剂称准到0.1g）。

4. 将装有试样的坩埚移入通风良好的马弗炉中（或坩埚炉），必须在1.5~2小时内将马弗炉从室温逐渐升到800~850°C，并在该温度下加热1.5~2小时。

5. 将坩埚从马弗炉中取出，冷却到室温，将坩埚中的灼烧物搅松（如发现未烧尽的黑色颗粒，应继续灼烧）。仔细捣碎，放入300ml的烧杯中，用热蒸馏水冲洗坩埚内壁，将冲洗液加入烧杯中，再加入100~150ml热蒸馏水充分搅拌，微沸5分钟左右，如果这时发现尚有未烧尽的黑色颗粒，这次测定应作废。

6. 用倾泻法以定性滤纸过滤，用热蒸馏水倾泻冲洗3次，然后将残渣移入漏斗中，用热蒸馏水仔细冲洗，其次数不得少于10次。

7. 向溶液中（体积以250~300ml为限）滴入2~3滴甲基橙指示剂，然后加1:1的盐酸中和，再过量2ml，使溶液呈微酸性。将溶液加热到沸腾，不断地搅拌溶液，并滴入10%氯化钡溶液10ml，微沸5分钟左右，放在沸水浴内或热砂盘上，使溶液微沸，保温2小时，再在室温下放置4小时以

注：如欲迅速得出结果，可在加入氯化钡以前加入饱和苦味酸溶液10ml，然后加氯化钡溶液，保温0.5小时即可过滤。

上。

8. 用直径约 11cm 致密的无灰定量滤纸过滤，并用热蒸馏水洗至无氯离子为止（用硝酸银试验）。

9. 将沉淀连同滤纸移入已知重量的瓷坩锅中，先在低温下灰化滤纸，然后在温度为 $800\sim 850^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉内灼烧 20 分钟，取出坩锅，放在金属板上 5 分钟，再放入干燥器中冷却到室温（约 $25\sim 30$ 分钟）称重，再作检查性灼烧 20 分钟，直到前后两次重量之差小于 0.0010g 时为止。

10. 每配制一批艾氏剂或改换其它任一试剂时，应进行空白试验（试验除不加试样外，全部按第二章试验步骤进行），同时测定三个以上，并且每两个结果相差不得大于 0.0010g (BaSO_4)。取算术平均值作空白结果，空白值不应大于 0.0070g (BaSO_4)。

三、结果计算

11. 测定结果按下列公式计算：

$$S_Q^f = \frac{(G_1 - G_2) \times 0.1373}{G} \times 100$$

式中：

S_Q^f —— 分析试样的全硫含量 (%)；

G_1 —— 硫酸钡重量 (g)；

G_2 —— 空白试验的硫酸钡重量 (g)；

0.1373 —— 由硫酸钡换算为硫的系数；

G —— 分析试样的重量 (g)。

四、结果换算

12. 按下列公式可将分析基全硫 (S_Q^f) 换算为干燥基、应用基和可燃基全硫:

$$S_Q^g = S_Q^f \frac{100}{100 - W^f}$$

$$S_Q^y = S_Q^f \frac{100 - W^y}{100 - W^f}$$

$$S_Q^r = S_Q^f \frac{100}{100 - W^f - A^f}$$

式中:

S_Q^g ——干燥基全硫含量 (%) ;

S_Q^y ——应用基全硫含量 (%) ;

S_Q^r ——可燃基全硫含量 (%) ;

W^f ——分析基水分含量%, 按GB 212—63测定;

W^y ——应用基全水分含量%, 按GB 211—63测定;

A^f ——分析基灰分含量%, 按GB 212—63测定。

五、允许误差

13. 平行测定误差不得超过下列规定:

S ₀ 范 围	平 行 测 定 误 差	
	同 一 化 验 室	不 同 化 验 室
< 1 %	0.05%	0.10%
1~4%	0.10%	0.20%
> 4 %	0.20%	0.30%

▲附注: 煤 的 分 类 表1

煤 的 种 类	泥 煤	褐 煤	烟 煤	无 烟 煤
C %	55-60	60-70	75-90	90-95
H %	5.5-6.5	5-6	4.5-5.5	2-3
O %	30-40	20-30	5-15	2-3
N %	1-1.5	0.5-1.5	1-1.5	0.1-0.5
发热量 卡/克	5000-5400	6000-7000	7500-8500	8500
可燃挥发份 %	70	53	30-40	6-10
固 定 碳 %	30	47	60-70	90-94

煤 的 分 类 表2

燃 料 种 类	有 机 物 质 的 热 值 千 卡/千 克	有 机 物 质 的 平 均 成 份 %				灰 份 %	风 干 燃 煤 中 的 水 份 %
		C	H	O+N	S		
泥 煤	6200	56.5	6.0	34.5	3	2-30	20-45
褐 煤	6500	68.0	5.5	25.4	1-5	2-40	10-30
烟 煤	8000	83.0	5.0	12.0	0.2-5	2-40	3-12
无 烟 煤	8100	94.8	2.4	2.8	0.2-5	2-6	0.35-2

国产几种煤的工业分析组成

表3

	硫份%	挥发份%	固定碳%	灰份%	发热量 千卡/千克
河南焦作	0.31	8.66	—	10.31	7550
井陆无烟煤	0.90	3.17	80.75	12.50	7680
井陆烟煤	0.78	23.70	65.01	11.15	7733
抚顺	0.67	38.55	50.55	6.59	—
开滦	0.87	39.22	52.35	7.21	7070

各地区煤的发热量参考

表4

名称	水份%	挥发份 %	固定碳 %	灰份%	发热量 卡/克
陶庄块煤	1.02	29.28	61.97	7.93	7900
山东统煤	3.13	27.59	57.46	11.82	7365
蔡家岗统煤	3.24	30.09	53.22	13.45	7090
淮南统煤	3.54	28.26	45.79	22.41	6144
贾汪统煤	3.43	27.87	49.43	19.27	6577
贾汪屑	5.89	26.15	45.84	22.12	6110

制浆造纸机器常用润滑剂

造纸厂的机件需要的润滑剂，选择适当则可减少电耗和机械磨损。例如，在要求粘度小的机件，如高压泵、抽水泵和切草机等滑动轴承上使用了粘度大的油料，势必在机器本身运转时，为了克服由于粘度大而带来的内摩擦，付出一部份的功，这就降低了机器本身的功率并增加了电耗量。反之有的机械如齿轮传动装置的各中心轴悬丝，牙轮输送带蜗轮传动，变速箱等需要粘度大，粘附性强的各种齿轮油料，若使用了普通机械油，这就可能引起较重的磨损或者齿与齿之间被咬伤。因此，正确的选用油料对造纸企业降低成本，延长设备使用寿命是具有其重要意义的，故选列二表供各厂参考：

附废油再生方法：

将废油按品种、牌号分别收集处理，将油澄清后，倾出上层澄清油加热至 100°C ，不断搅拌以除去残留水分，然后滤经120眼铜丝，内铺细白布做的漏斗中。再生油流入大桶内（热时勿加盖以防桶冷后变形）。

取一滴滤液于洁净的玻璃上，置灯光下检查若透明不发暗，无小黑点即可。

再生油可直接或掺配部分新油使用。

制 浆 部 机 器

	机器名称	工作条件	用油部位
备料	切草机	工作温度不高	滑动轴承
液氯	循环泵	"	"
蒸煮	蒸球	低速温度高	滑动及滚珠轴承
浓缩筛选部分	抽水泵	工作温度不高	滑动轴承
	真空过滤器	"	"
	真空泵	"	滚珠轴承
	尾筛泵	"	滑动轴承
	圆筛	"	滚珠轴承
漂白部分	过滤机悬丝	工作温度不高	齿轮
	脱水器白浆泵		滚珠轴承
	倒浆水泵		滑动或
	漂液泵		滚珠轴承
	吹液泵		滑动轴承

用 油 参 考 表 1

润滑方法	对油料的要求	建议选择的品种
滴油法	粘 度 小	夏用 50° 机械油 冬用 30°
油环给油	"	30° 机 械 油
油环或填充法	粘度大、闪点高钠基脂（硬干油脂）	夏用 38° 汽缸油 铁道润滑脂二号 冬用 24°
油环给油	粘 度 小	30° 机 械 油
"	"	"
罩杯压脂	滚 珠 黄 油	钙 钠 基 润 滑 脂
油环给油	粘 度 小	30° 机 械 油
罩杯压脂	钙 基 脂	钙 基 润 滑 脂 三 号
油浴激溅法	粘度大、粘附性强	汽车双曲线齿轮油
罩杯压脂	钙 基 脂	钙 基 润 滑 脂 三 号
油环或	中粘度、钙基脂	50° 机 械 油
罩杯压脂		钙 基 润 滑 脂 三 号
油环给油	粘 度 小	30° 机 械 油
"	"	"

造 纸 部 机 器

	机 器 用 油	工 作 条 件	用 油 部 位
潮 湿 部 份	打 浆 机	重荷、低速、 温高	滑动轴承
	盘 磨 机	中速、温高、	滚珠轴承
	精 浆 机	中速、温高、	滚珠轴承
	旋 笛 器	高速、温高、	滚珠轴承
	网 筛 机	负荷不均、低速	滑动轴承
	抄 纸 机	潮湿有水	滑动或滚珠轴承
干 燥 部 份	压 榨 机	负荷不均、有水	"
	光 压 机	低速、温度高、 中速、中荷、	滚珠轴承
	烘 干 机		滑动轴承
	压 光 机		滑动或滚珠轴承
	冷 缸 机		滚珠轴承
	切 纸 机		"
复 卷 机		"	
其 它 类 用 油	打 包 机		液压装置
	天轴传动装置		滑动轴承
	电 动 机	三相变速、温度 110°C以下	滑动或滚珠轴承
	空气压缩机	低 压	汽缸、活塞曲轴
	冷 冻 机	氨或CO ₂ 冷冻剂	汽缸、活塞曲轴
	齿轮传动装置： (中心轴悬丝变速箱、牙 轮输送带、蜗轮传动等)		齿轴和轴承

用 油 参 考 表 2

润滑方法	对油料要求	建议选择的品种
油环给油 罩杯压脂 罩杯压脂 罩杯压脂 油脂填充法 油环或罩杯压脂 油环 } 给油 油滴 } 罩杯压脂 油芯 }	粘度大、闪点高、 滚珠黄油 滚珠黄油 滚珠黄油 钙基脂 亲水性强的油，抗 水性强的脂 " " " "	夏用 74° 汽缸油 冬 38° 钙钠基润滑脂 " " " " 钙基润滑脂三号 夏用 70° 机械油， 冬 50° 钙基脂三号 " " " "
罩杯压脂 油环或填充法 强力循环给油 滴油法 罩杯压脂 同 上 " " " "	钙基脂 粘度大、闪点高或 钠基脂 中粘度、闪点高或 中粘度 钙基脂 同 上 " " " "	钙基脂三号 夏用 38° 汽缸油、铁道 冬用 24° 润滑脂二号 11° 汽缸油或 50° 机 械油 钙基脂三号 同 上 " " " "
滴油法 人工和滴油法 油环或罩杯压脂 油浴激溅法 油浴激溅法	中粘度、流动性好 粘度小 中粘度、闪点高或 滚珠黄油 专用油料 " " 粘度大、粘附性强	50° 机器油 夏用 50° 机械油 冬 30° " 或钙钠基脂 " " 压缩机油 13° 冷冻机油 汽车双曲线齿轮油

机 械 油

(GB 443—64)

本标准适用于由天然石油润滑油馏分经脱蜡及溶剂精制（或酸碱）并经白土接触处理制得的机械油。本产品广泛的使用在纺织工业的纱锭，机械工业的各种机床以及其他各种机械的润滑上。

机械油的标准按50°C的平均运动粘度分为10、20、30、40、50、70、90等七个牌号。其代号分别为HJ—10、HJ—20、HJ—30、HJ—40、HJ—50、HJ—70、HJ—90。

1. 本产品须符合下表要求；
2. 产品的包装、标志、贮存、运输及交货验收按SYB 2000—62S进行。
3. 采样按SYB 2001—59进行，取2升作检验及留样用。

项 目	质 量 指 标							试验方法
	HJ-10	HJ-20	HJ-30	HJ-40	HJ-50	HJ-70	HJ-90	
运动粘度(50°C)厘沲	7-13	17-23	27-33	37-43	47-53	67-73	87-93	GB 265-64
凝 点 °C 不高于	-15	-15	-10	-10	-10	0	0	GB 510-65
残 炭 % 不大于	0.15	0.15	0.25	0.25	0.3	0.5	0.6	GB 268-64
灰 分 % 不大于	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	GB 508-65
水溶性酸及碱	无	无	无	无	无	无	无	GB 259-64
酸值毫克KOH/克不大于	0.14	0.16	0.2	0.35	0.35	0.35	0.35	GB 264-64
机械杂质 % 不大于	0.005	0.005	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	GB 511-65
水 分	无	无	无	无	无	痕迹	痕迹	GB 260-64
闪点(开口)°C 不低于	165	170	180	190	200	210	220	GB 267-64
腐蚀(T, 铜片)	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	SYB 2620-59
色 度 毫 米	注③	注③	注③	注③	—	—	—	SYB 2614-56

注：①10~50号机械油用户有要求不加抗凝剂时允许凝点不高于-5°C出厂。

②用糠醛或酚精制的各号机械油规定不含糠醛或酚。

③每批产品出厂时进行色度测定，但暂不做为出厂控制指标。

变压器油规格

(SYB 1351-62)

1. 本标准适用于由石油润滑油馏分经脱蜡、酸碱洗涤或白土精制所得的适于变压器及油开关绝缘用的变压器油。

2. 本产品须符合下列要求：

质 量 指 标		标 准	试 验 方 法
(1) 粘度, 20°C,			
运动, 厘沲	不大于	30	GB 265-64
恩氏, °E	不大于	4.2	GB 266-64
(2) 粘度(50°C);			
运动, 厘沲	不大于	9.6	GB 265-64
恩氏, °E	不大于	1.8	SYB 2608-59
(3) 酸值, 毫克KOH/克	不大于	0.05	GB 264-54
(4) 灰分, %	不大于	0.005	GB 508-65
(5) 水溶性酸和碱		无	GB 259-64
(6) 凝点, °C	不高于	$\begin{cases} -25 \\ (-10) \end{cases}$	GB 510-65
(7) 安定性			SYB 2652-62
氧化后沉淀物, %	不大于	0.1	
氧化后酸值, 毫克KOH/克	不大于	0.35	GB 261-64
(8) 闪点(闭口), °C	不低于	135	GB 261-64
(9) 苛性钠抽出, 级	不大于	2	SYB 2651-59
(10) 机械杂质, %		无	GB 511-65
透明度, 5°C		透 明	注(3)
介质损失角(20°C时),	不大于	0.5	SYB 2654-60S
(70°C时),	不大于	2.5	

注：①变压器油允许加入抗氧化剂，但必须在出厂化验单及牌号上标明新加抗氧化剂名称及加入量。

②保证出厂耐电压 35 仟伏以上，在用户使用前必须进行过滤并重测耐电压。

③测定透明度时，需用直径 30—40 毫米的试管盛装，冷却到 +5℃ 时应保持透明。

④用于气温不低于 -15℃ 地区的变压器油，凝点许可 -10℃ 出厂。

2. 本产品的包装，贮存，运输及交货验收按石油 2000--62 进行。

3. 采样应按石油 2001—59 进行，取 2 升作为检验和留样用。

钙基润滑脂

(GB 491-65)

本标准适用于以动植物油钙皂和矿物油制得的耐水、中滴点的普通钙基润滑脂。本产品适用于工业、农业、交通运输等机械设备的润滑。

本产品按针入度分为五个牌号，其代号分别为ZG-1、ZG-2、ZG-3、ZG-4、ZG-5。其使用温度为：ZG-1、ZG-2不高于55°C；ZG-3、ZG-4不高于60°C；ZG-5不高于65°C。

1. 本产品各牌号的原料组成（重量%）如下表所示：

原 料	组 成				
	ZG-1	ZG-2	ZG-3	ZG-4	ZG-5
动 植 物 油 钙 皂	3-14	12-17	14-20	17-24	19-26
矿物油（50°C运动粘度17~53厘沱；不含降凝剂，凝点-5°C以下）	86-91	85-88	80-86	76-83	74-81

2. 本产品须符合下列要求:

项 目	质 量 指 标					试 验 方 法
	ZG-1	ZG-2	ZG-3	ZG-4	ZG-5	
外 观	从淡黄色到暗褐色, 在玻璃上 涂抹1~2毫米厚的润滑脂层, 对光检查时, 呈均匀无块状的 油膏					目 测
滴点, °C不低於	75	80	85	90	95	GB270-64
针入度(25°C)	310~ 340	285~ 295	220~ 250	175~ 205	130~ 160	GB269-69
腐蚀(钢片、黄 铜片, 100°C 3 小时)	合格	合格	合格	合格	合格	SYB 2710 -56及注①
游离碱, NaOH% 不大于	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	SYB 2707-62
游离有机酸	无	无	无	无	无	SYB 2707-62
机械杂质(酸分 解法)	无	无	无	无	无	GB513-65
机械杂质(抽出 法)% 不大于	0.3	0.4	0.5	0.5	0.5	SYB 2709 -62及注②
水分, %不大于	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	GB512-65
胶体安定性% 不大于	20	16	12	9	6	GB392-64

注: ①腐蚀试验用含碳0.4~0.5%的鋼片和黃銅片(HPb59-1)

②机械杂质中不許有砂粒。

3. 本产品的包装、标志、贮存、运输及交貨验收按

SYB 2000—62S进行。

4. 采样按SYB 2001—59进行，取1.5公斤作为检验和留样用。

钙钠基润滑脂规格

(SYB 1403-59)

1. 本标准适用于耐熔、耐水、上限工作温度为 80—100°C 的摩擦部分润滑的钙钠基润滑脂。本产品低温情况下是不适用的。

本产品适用于铁路机车和列车的滚珠轴承、小电动机和发电机的滚动轴承以及其他高温轴承等的润滑。

2. 本产品为钙钠混合基润滑脂，其 $\text{Na}_2\text{O}:\text{CaO}$ 应在 3.5:1 ~ 4:1 范围内。

3. 本产品必须符合下列要求：

质 量 指 标	1	2	试 验 方 法
(1) 外观	由黄色到深棕色的均匀软膏		
(2) 滴点, °C 不低于	120	135	GB270—64
(3) 针入度 (25°C/150克), 1/10毫米	250—290	200—240	GB269—64
(4) 腐蚀试验 (铜片, 铜片, 100°C, 3小时)	合 格	合 格	SYB 2710—56
(5) 游离碱, NaOH% 不大于	0.2	0.2	SYB 2707—62
(6) 游离酸, 毫克KOH/克	无	无	SYB 2707—62
(7) 盐酸不溶物	无	无	SYB 2708—62
(8) 水分, % 不大于	0.7	0.7	GB512—65
(9) 矿物油粘度, 50°C, 厘沱	27—43	27—43	SYB 2607—62

4. 本产品的包装、标志、储存、运输和验收均按 SYB2000—62 进行

5. 本产品的取样方法按 SYB2001—59 进行，取 1 公斤润滑脂作为检验试样。

石油产品水溶性酸及碱试验法

(GB 259-64)

本标准适用于试验石油产品中的水溶性酸和水溶性碱。

一、仪器与试剂

1. 测定时，需用下列的仪器：

分液漏斗 容积250~500毫升。

试管 直径为15~20毫米，高度140~150毫米，用无色玻璃制造，共三支。

电热板，电炉或煤气灯。

锥形烧瓶 具磨砂口，容积250毫升。

2. 测定时，需用下列的试剂：

0.02%甲基橙水溶液。

1%酚酞乙醇溶液。

溶剂 直馏汽油；苯，二级试剂，乙醚，二级试剂，

乙醇水溶液（1:1）。

二、试验步骤

3. 取样前，将装入量不超过瓶中容积3/4的液体试样小心摇荡3分钟。

4. 将加热至70~80°C的试样50毫升与加热至70~80°C的蒸馏水（经过检查呈中性反应）50毫升，一起注入

同一分液漏斗中，摇荡 5 分钟。在测定汽油、煤油、溶剂油
和高温分解的轻质产品时，试样和水均不用加热。

注：①允许将 50 毫升的试样和 50 毫升的中性蒸馏水注入锥形烧瓶
(250 毫升，具磨口塞)，浸在 70~80℃ 的水浴 摇荡 5 分
钟，取水层进行试验。

②如果试样在 50℃ 时的粘度大于 75 厘沓 (10·E)，就先用同
体积的汽油 (经过检查呈中性反应) 来稀释，再加入蒸馏
水处理。蒸馏水的体积是与石油产品未经稀释时的体 积相
同。

③试验石蜡的水溶性酸及碱时，将石蜡约 10 克放在锥形烧瓶
(100~250 毫升) 中，加热使石蜡熔化后，加入 80℃ 的 中
性蒸馏水 25 毫升。将烧杯中的混合物加热并且摇荡 1 分钟，
然后用吸量管取出水的抽出液进行试验。

5. 在两支试管中各放入约 10 毫升的抽出液。在第一支
试管中加入三滴酚酞溶液，溶液稍变红色或变成玫瑰红色时
表示试样含有水溶性碱。在第二支试管中加入两滴甲基橙溶
液，溶液稍变红色或变成玫瑰红色时表示试样含有水溶性
酸；同时还在第三支试管中加入两滴甲基橙溶液和约 10 毫升
的中性蒸馏水，以作比较。

6. 试验柴油，碱洗润滑油，含添加剂润滑油和粗制的
残留石油产品时，遇到试样的水抽出液对于酚酞呈现碱性反
应 (可能由于皂化物发生水解作用引起)，或遇到试样与水
混合而形成不易分离的乳油液，都应进行如下的试验：

用加热到 50℃ 的中性的乙醇水溶液 (1:1) 处理未加热
的试样，操作手续与本标准第 4 条相同。

注：对于与水混合不能分离出水层的重质燃料油，可以采用下列
的一种方法处理：

将试样 50 毫升注入具有磨口塞的锥形烧瓶中，加热到

50℃时注入50℃的中性的汽油50毫升。在搅拌均匀后，加入50℃的中性的蒸馏水50毫升。将烧瓶中的混合物摇荡5分钟，就将烧瓶浸在70~80℃的水浴中静置30分钟，然后将烧瓶中的液体部分倾注入一只分液漏斗中，瓶底遗留的沥青物质要弃去，用分液漏斗中析出的水层进行试验。

在烧杯中加入试样50毫升和中性的乙醚50毫升（或苯100~200毫升），搅拌均匀，移入水浴中加热至30℃（用苯时加热至70~75℃），就趁热注入分液漏斗中，然后加入中性的蒸馏水50毫升，摇荡5分钟后静置（用苯时将分液漏斗浸在70~75℃的水浴中静置），用分液漏斗中析出的水层进行试验。

7. 水或乙醇水溶液的抽出液对于酚酞不变色时，认为试样不含水溶性碱；水的抽出液对于甲基橙不变色时，认为试样不含水溶性酸。

石油产品闪点测定法（闭口杯法）

(GB 261-64)

石油产品在本标准的规定条件下加热到它的蒸汽与火焰接触发生闪火时的最低温度，称为闭口杯法闪点。

一、仪 器

1. 测定时，需用下列的仪器：

(1) 闭口杯闪点仪器，由下述主要部分组成：

a. 空气浴 内部是铸铁制的容器，能用煤气灯或电炉直接加热；外部设浴罩，应能防止周围辐射热对空气浴影响。

b. 油杯 是用铁或合金制成的平底筒形容器，其表面要镀铜或镀镍。放入空气浴时，油杯的凸出边缘要支持在浴罩上，使杯身不与空气浴的铸铁容器接触。油杯内壁设有环形标线，用来规定试油液面的位置。油杯内径 51 ± 1 毫米，深度 56 ± 1 毫米。

c. 杯盖 应能紧密地盖着油杯，盖上设有三个孔，并装设带有两个孔的遮板、插温度计用的套管、使用煤气或带灯芯的点火器、弹簧杠杆、带传动软管的搅拌器。利用弹簧杠杆能拨动遮板打开盖孔，并使点火器的火焰向盖孔中央倾斜。

注：温度计必须定期检定，保证其精确性。

d. 温度计

(2) 防护屏 用镀锌铁皮制成，高度550~650毫米，宽度以适用为度，屏身内壁涂成黑色。

二、准备工作

2. 试油的水分超过0.05%时，必须脱水。脱水处理是在试油中加入新煨烧并冷却的食盐，硫酸钠或氯化钙进行，试油闪点估计低于100°C时不必加温，闪点估计高于100°C时，可以加热到50~80°C。

脱水后，取试油的上层澄清部分供试验使用。

3. 油杯要用无铅汽油洗涤，再用空气吹干。

4. 试油注入油杯时，试油和油杯的温度都不应高于试油脱水的温度。杯中试油要装满到环状标线处，然后盖上清洁干燥的杯盖，插入温度计，并将油杯放在空气浴中。试验闪点低于50°C的试油时，应预先将空气浴冷却到室温(20±5°C)。

5. 将点火器的灯芯或煤气引火点燃，并将火焰调整到接近球形，其直径为3~4毫米。

使用灯芯的点火器之前，应向器中加入轻质润滑油（如缝纫机油、变压器油等）作为燃料。

6. 闪点仪要放在避风和较暗的地点，才便于观察闪火。为了更有效地避免气流和光线的影响，闪点仪应围着防护屏。

7. 用检定过的气压计，测出试验时的实际大气压力P。

三、试验步骤

8. 用煤气灯或带变压器的电热装置加热闪点仪时，应注意下列事项：

(1) 试验闪点低于 50°C 的试油时，从试验开始到结束要不断地进行搅拌，并使试油温度每分钟升高 1°C 。

(2) 试验闪点为 $50\sim 150^{\circ}\text{C}$ 的试油时，开始加热的速度为每分钟升高 $5\sim 8^{\circ}\text{C}$ ，并定期进行搅拌，每分钟约一次。试验闪点超过 150°C 的试油时，开始加热的速度为每分钟升高 $10\sim 12^{\circ}\text{C}$ ，并定期进行搅拌，调整加热强度使试油加热到预期闪点前 30°C 的温度时，加热的速度应控制在每分钟升高 2°C ，还要不断进行搅拌。

9. 试油温度到达预期闪点前 10°C 时，对于闪点低于 50°C 的试油每经 1°C 进行点火试验；对于闪点 50°C 以上的试油每经 2°C 进行点火试验。

试油在试验期间都要转动搅拌器进行搅拌；只有在点火时才停止搅拌。点火时，打开盖孔1秒钟。如果看不到闪火，就继续搅拌试油，并按本条的要求重复进行点火试验。

10. 在试油液面上方最初出现蓝色火焰时，立即从温度计读出温度作为闪点的测定结果。得到最初闪火之后，继续按照本标准第9条进行点火试验，应能继续闪火。在最初闪火之后，如果再进行点火却看不到闪火，应更换试油重新试验；只有重复试验的结果依然如此，才能认为测定有效。

四、精 确 度

11. 平行测定的两个结果与其算术平均值的差数，不应

超过下列的允许值:

闪点, °C	允许差数, °C
50以下.....	± 1
高于50.....	± 2

12. 用平行测定的两个结果的算术平均值, 作为试油的闪点。

五、大气压力对闪点影响的修正

13. 大气压力高于775或低于745毫米水银柱时, 试验所得的闪点应按下式修正(计算到1°C):

$$t_0 = t + \Delta t \dots \dots \dots (1)$$

式中 t_0 ——在760毫米水银柱时的闪点, °C;

t ——在P毫米水银柱时的闪点, °C;

Δt ——修正数, °C。

14. 修正数 Δt 是按照下式计算:

$$\Delta t = 0.0345 (760 - P) \dots \dots \dots (2)$$

此外, 修正数 Δt 还可以从下表查出:

大气压力、毫米水银柱	修正数 Δt , °C
630—658	+ 4
659—687	+ 3
688—716	+ 2
717—745	+ 1
775—803	- 1

石油产品酸值测定法

(GB 264-64)

中和1克石油产品所需的氢氧化钾毫克数称为酸值。

本标准用沸腾酒精抽出试样中的酸性成分，然后用氢氧化钾乙醇溶液进行滴定。

一、仪器与试剂

1. 测定时，需用下列的仪器：

锥形烧瓶 容量250~300毫升。

球形回流冷凝管 长度300毫米，直径10~12毫米。

2 毫升微量滴定管 分度0.02毫升。

电热板，或其他加热装置。

2. 测定时，需用下列的试剂：

0.05N 氢氧化钾乙醇溶液。

95%乙醇 二级试剂。

0.75%碱性蓝6 B指示剂。

二、试验步骤

3. 用清洁干燥的锥形烧瓶称取试样 8~10克，称准至 0.01克。

4. 在另一只清洁无水的锥形烧瓶中，加入乙醇 50 毫升，装上回流冷凝管。在不断摇动下，将乙醇煮沸 5 分钟，

除去溶解于乙醇内的二氧化碳。

在煮沸过的乙醇中加入 0.5 毫升碱性蓝溶液，趁热用 0.05N 氢氧化钾乙醇溶液中和，直至溶液由蓝色变成浅红色为止。

5. 将中和过的乙醇注入装有已称好试样的锥形烧瓶中，并装上回流冷凝管。在不断摇动下，将溶液煮沸 5 分钟。

在煮沸过的混合液中，加入 0.5 毫升的碱性蓝溶液，趁热用 0.05N 氢氧化钾乙醇溶液滴定，直至乙醇层由蓝色变成浅红色为止。

对于在滴定终点不能呈现浅红色的试样，允许滴定达到混合液的原有颜色开始明显地改变时作为终点。

在每次滴定过程中，自锥形烧瓶停止加热到滴定达到终点所经过的时间不应超过 3 分钟。

三、计 算

6. 试样的酸值 (X)，用毫克 KOH/克的数值表示，依照下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 56.11}{G}$$

式中 V——滴定时所消耗氢氧化钾乙醇溶液的体积，毫升；

N——氢氧化钾乙醇溶液的当量浓度；

G——试样的重量，克。

56.11——氢氧化钾的克当量

四、精 确 度

7. 平行测定的两个结果的差数, 不应超过下列的允许值: 酸值, 毫克 KOH/克 允许差数, 毫克KOH/克

0.1 以下.....0.02

超过0.1到1.0以下.....0.05

超 过 1.0.....0.10

8. 用平行测定的两个结果的算术平均值, 作为试样的酸值。

石油产品恩氏粘度测定法

(GB 266-64)

液体受外力作用移动时，在液体分子间发生的阻力称为粘度。

恩氏粘度是试油在某温度从恩氏粘度计流出 200 毫升所需的时间与蒸馏水在 20°C 流出相同体积所需的时间(秒)(即粘度计的水值)之比。在试验过程中，试油流出应成为连续的线状。温度 t 时的恩氏粘度，用符号 E_t 表示。恩氏粘度的单位为条件度，用符号 °E 代表。

一、仪器、试剂与材料

1. 测定时，需用下列的仪器：

(1) 恩氏粘度计 包括装试油的容器，堵塞流出管用的木塞，金属三脚架。

盛试油的内容器是装在作水浴或油浴用的外容器中。这两个容器都用黄铜制造。内容器的底部制成球面形，内表面要经过磨光并镀金。内容器设有黄铜制的中空凸形盖，盖上带有两个孔口，供插入木塞和温度计使用。木塞是用来堵塞仪器的流出孔，此孔焊接着黄铜小管，其内壁装有铂制小管，铂管内壁必须磨光。

在内容器中，从底部起以等距离在器壁上安装有三个向上弯成直角的小尖钉，作为控制油面高度和仪器水平的指示

器。在外容器中设有搅拌器和温度计，此温度计利用外容器壁上的夹子来固定。

内容器要用三根支持杆及流出管固定在外容器中。流出管要利用通过盖上中心孔的木塞堵着。这木塞是用硬木（黄杨木及其他）制成，用来放置仪器的铁三脚架，是由一圆圈和三条长脚所组成，其中至少要有两条脚要设置调节螺钉。在三脚架上应能固定着预热用的环焰灯。

恩氏粘度计的主要尺寸见表 1 所示。

恩氏粘度计的主要部分尺寸

表 1

零件名称	尺寸、毫米	公差、毫米
(1) 内容器		
内 径	106.0	±1.00
底部至扩大部分之间的高度	70.0	±1.00
底部突出部分的深度	7.0	±0.10
扩大部分的内径	115.0	±1.00
扩大部分的高度	30.0	±2.00
从钉尖的水平面至流出管下边缘的距离	52.0	±0.50
(2) 流出管		
总 长	20.0	±0.10
突出部分的长度	3.0	±0.30
在器底水平面处的内径	2.9	±0.02
下方末端的内径	2.8	±0.02

每件恩氏粘度计应在外容器的表面上注明粘度计名称及生产工厂的厂号或厂标，并注明粘度计的编号。

恩氏粘度计的水值，每四个月至少校正一次。

(2) 恩氏粘度计用的温度计共两支。

此种温度计必须定期检定，保证其精确性。

(3) 恩氏粘度计用的接受瓶；接受瓶有两种：其一瓶颈刻线为200毫升，另一为100毫升。但允许用宽口而带有两道刻线的接受瓶代替这两种接受瓶；这两道刻线应表示100毫升和200毫升。每种接受瓶的最高刻线至瓶口的容量是不小于60毫升。接受瓶的刻线必须在20°C时刻划。刻线的位置应在瓶颈细狭部分的中间。瓶颈的内径是 18 ± 2 毫米。

每只接受瓶除刻上“100毫升”或“200毫升”的字样之外，还应刻上“+20°C”、“恩氏粘度计用”和“H”（H表示瓶中标线是装入的容量）等字样。

(4) 环焰煤气灯，或环焰酒精灯。

(5) 5毫升吸量管。

(6) 秒表 分度0.2秒，要经过校正。

2. 测定时，需用下列的试剂与材料：

(1) 石油醚 二级试剂，或乙醚，二级试剂。

(2) 95%乙醇 二级试剂。

(3) 70号航空汽油；或轻质汽油。

(4) 润滑油 粘度为20—60厘沲，开口杯法闪点不低于180°C。

二、准备工作

3. 测定粘度计的水值；

恩氏粘度计的水值，是蒸馏水在20°C温度时从粘度计流出200毫升所需的时间（秒）。

在测定水值前，粘度计的内容器要依次用乙醚（或石油醚）、乙醇和蒸馏水洗涤，并用空气吹干。然后将粘度计的

短腿放入三脚架的孔内，用固定螺钉固定。此时，将洁净干燥的木塞插入流出管的上孔内。

利用预先依次用铬酸洗液，水和蒸馏水仔细洗涤过的接收瓶，将新蒸馏的蒸馏水（温度 20°C ）注入粘度计内容器中，直至内容器中的三个尖钉的尖端刚刚露出水面为止。此外，又用相同温度的水装在粘度计的外容器中，直至浸到内容器的扩大部分为止。

旋转三脚架的调整螺钉，调整粘度计的位置，使内容器中三个尖钉的尖端都处在同一水平面上。

将未经干燥的空接收瓶放在内容器的流出管下面。稍微提起木塞，使内容器中的水全部放入接收瓶内，但这次不计算水的流出时间。此时流出管内要装满水，并使流出管的底端悬着一大滴水珠。

立即将木塞插入流出管内，重新将接收瓶中的水沿着玻璃棒小心地注入内容器中，切勿溅出。随后，将空接收瓶放在内容器上倒置 1—2 分钟，使瓶中的水完全流出，然后将接收瓶放回流出管下面。

内容器中的水和外容器中的液体都要充分搅拌；首先将插有温度计的盖围绕木塞旋转以便搅拌水；然后用安装在外容器中的叶片式搅拌器搅拌保温液体。当两个容器中的水和液体温度等于 20°C （在 5 分钟内温度差数不超过 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ ）而且内容器调整为水平状态（三个尖钉的尖端刚好露出水面）时，迅速提起木塞（应能自动卡着并保持提起的状态，不允许拔出木塞），同时开动秒表。此时，观察水从内容器流出的情况，到凹形液面的下边缘到接收瓶的 200 毫升环状标线时，立即停住秒表。

蒸馏水流出 200 毫升的时间要连续测定四次。如果各次测定观察结果与其算术平均值的差数不大于 0.5 秒，就用这个算术平均值作为第一次测定的平均流出时间。此外，以同样要求进行另一次平行测定，并计算符合要求的平均流出时间。如果两次平行测定的平均流出时间之差不大于 0.5 秒，就取这平行测定的两次结果的算术平均值作为仪器的水值，其符号为 K_{20} 。

标准粘度计的水值应等于 51 ± 1 秒。如果水值不在此范围内就不允许使用该仪器测定粘度。

4. 准备试油：

测定粘度前，用每一平方厘米有至少 576 个孔眼的金属滤网过滤试油。如果试油中含水，应加入新煅烧并冷却的食盐，硫酸钠或粒状的氯化钙进行摇动，经过静置沉降后才用滤网过滤。

注：试油中含有不易消失的气泡时，允许在试样瓶连接真空泵减压 19 分钟除去。

三、试 验 步 骤

5. 每次测定粘度前，用滤过的清洁轻质汽油仔细洗涤粘度计的内容器及其流出管，然后用空气吹干。内容器不准擦拭，只允许用剪齐边缘的滤纸吸去剩下的液滴。

6. 测定试油在规定温度时的粘度时，先将木塞严密塞住粘度计的流出孔（但不可过分用力压着木塞，以免木塞很快磨坏），然后将预先加热到稍高于规定温度的试油（按本标准第 4 条准备）注入内容器中，这时试油中不应产生气泡。注入的油面必须稍高于尖钉的尖端。

向粘度计的外容器注入水（测定温度在 80°C 以下时）或润滑油（测定温度在 $80-100^{\circ}\text{C}$ 时）；这液体应预先加热到稍高于规定温度。为了使试油的温度在试验过程中能保持恒定并能符合规定温度，应使内容器中的试油温度恰好达到规定的温度；此时保持 5 分钟，内外容器中的液体温度差不应超过 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 。然后记下外容器中液体的温度。在试验过程中要保持外容器的液体温度恒定到 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ （可以用搅拌机搅拌外容器中的液体，必要时还可以用环焰灯或电加热装置稍微加热外容器）。

注：在控制温度时，外容器中保温液体的温度一般比内容器中试油的温度高 $0.2-1^{\circ}\text{C}$ 。

稍微提起木塞，使多余的试油流下，直至三个尖钉的尖端刚好露出油面为止。如果流出的试油过多，就逐滴补添试油满至尖钉的尖端；但油中不要留有气泡。

粘度计加上盖之后，在流出孔下面放置洁净干燥的接受瓶。然后绕着木塞小心地旋转插有温度计的盖，利用温度计搅拌试油。

试油中的温度计恰好达到规定温度时，再保持 5 分钟（但不进行搅拌），就迅速提起木塞，同时开动秒表。木塞提起的位置应保持与测定水值时相同（也不允许拔出木塞）。当接受瓶中的试油正好达到 200 毫升的标线时（泡沫不予计算），立即停住秒表，并读取试油的流出时间，准确至 0.2 秒。

注：①仲裁试验时，每次平行试验前都要按第 5 条清洗仪器，并向内容器注入一份未经试验的试油。

②燃料油平行测定的两次结果超出精确度的要求时，进行第三次测定前必须按本标准第 5 条清洗仪器，并向内容器注入一份未经试验的试油。

四、计 算

7. 试油在温度 t 时的恩氏粘度 E_t (其单位为条件度), 按下式计算:

$$E_t = \frac{\tau_t}{K_{20}}$$

式中 τ_t ——试油在试验温度 t 时从粘度计中流出 200 毫升所需的时间, 秒;

K_{20} ——粘度计的水值, 秒。

例: 粘度计的水值 $K_{20} = 51.1$ 秒。设燃料油在 80°C 时从粘度计流出 200 毫升的时间为 $\tau_{80} = 472.8$ 秒。

这燃料油在 80°C 时的恩氏粘度 (E) 测定结果为:

$$E_{80} = \frac{\tau_{80}}{K_{20}} = \frac{472.8}{51.4} = 9.2 \text{ 条件度}$$

五、精 确 度

8. 在连续测定中的两个流出时间的差数不应超过下列的允许值:

流出时间, 秒	允许差数, 秒
250 以下	1
251—500	3
501—1000	5
大于 1000	10

9. 用平行测定的两个结果的算术平均值, 作为试油的恩氏粘度。

注: 恩氏粘度与运动粘度的换算, 见 573 页附表

石油产品残炭测定法

(GB 268-64)

石油产品在规定试验条件下，受热蒸发而形成的焦黑色残留物，称为残炭，其试验结果以重量百分数表示。

一、仪 器

1. 测定时，需用下列的仪器：

(1) 残炭测定装置，包括下列各部分：

a. 矮型磁坩埚 容量约 30 毫升，口部直径 43 ± 2 毫米，底部直径 22 ± 1.5 毫米，高度 33 ± 2.0 毫米，壁厚 1.5 ± 0.3 毫米。

b. 内铁坩埚 容量 75 ± 5 毫升，口部内径 55 ± 1 毫米，口部外径（连突出的边缘） 65 ± 1 毫米，底部外径 30 ± 1 毫米，高度 38 ± 1 毫米。坩埚盖为铸铁或铁经轧压或加压制成，厚度不小于 1.5 毫米。盖上具有直径 6 ± 0.5 毫米的孔口。

c. 外铁坩埚 容量 190 ± 10 毫升，口部外径 80 ± 1 毫米，高度 60 ± 1 毫米，壁厚 1.0~1.5 毫米。它有铁盖。

d. 铁三脚架 高度 250 ± 10 毫米，铁环的直径 130 ± 5 毫米。

e. 正方形或圆形的铁制遮焰体 用厚度 0.6~0.8 毫米的铁片制造，具有放置坩埚的孔，孔口为倒置的截头圆锥

形。遮焰体的边长或直径为 160 ± 10 毫米，高度为 32 ± 2 毫米，孔口上边缘直径为 90 ± 2 毫米，孔口下边缘直径为 82 ± 2 毫米，遮焰体内部是空的。

注：铁制遮焰体的表面可以用石棉覆盖，防止过分受热。

f. 铁圆罩 用厚度 $0.6 \sim 0.8$ 毫米铁片制造。罩中的下圆筒部分向上形成圆锥体。在圆锥体的上部焊接圆管。在圆管的顶端设有火桥，作为火焰的最大高度指示器。下圆筒部分的直径 125 ± 5 毫米，高度 52 ± 3 毫米。铁圆罩的总高度 132 ± 10 毫米。制造火桥用的铁丝直径是 3 毫米。在圆管上的火桥高度为 50 ± 3 毫米。

g. 镍铬三角或磁三角 具有比外坩埚的底部面积较小的孔，能使外坩埚的底面与遮焰体的下表面处在同一水平面。

二、准备工作

2. 洁净的磁坩埚放在喷灯上或高温炉 ($800 \pm 20^\circ\text{C}$) 中煅烧 40 分钟，然后移在室温冷却 3 分钟，才移入干燥器中冷却 30~40 分钟。此时，称出坩埚重量，称准至 0.0002 克。如此重复处理磁坩埚，直至连续称量间的差数不大于 0.0004 克为止。

3. 将装入量不超过瓶内容积 2/3 的试油摇动 5 分钟，使其混合均匀。粘稠的或含石蜡的石油产品，应预先加热至 $50 \sim 60^\circ\text{C}$ 才进行摇匀。

含水的试油应先经过新煅烧的食盐脱水和过滤，才进行摇匀。

三、试 验 步 骤

4. 向恒重好的磁坩埚内，称入摇匀的试油 10 ± 0.5 克，称准至 0.01 克。

5. 将盛有试油的磁坩埚放入内铁坩埚中，然后将内铁坩埚放在外铁坩埚内。在外铁坩埚的底部要预先装好细砂。随后，将两个坩埚盖盖上。

在外铁坩埚底部装贮细砂的数量，要使内铁坩埚的盖顶能托着外铁坩埚的盖底。细砂的用量应为 $18 \sim 24$ 毫升。

外铁坩埚的盖不要盖紧，以便试油在加热时产生的蒸汽能够容易逸出。

将镍铬三角（或磁三角）放在铁三脚架上，再在镍铬三角上面安放铁制遮焰体。

缺乏镍铬三角或磁三角时，应在外铁坩埚与遮焰体之间的三个地点各垫上石棉垫（面积约 1 厘米²），要形成适当的空隙。

6. 将全套坩埚放入遮焰体内，必须使外铁坩埚的底面与遮焰体的下表面处在同一水平面。外铁坩埚在遮焰体内不应倾斜，坩埚壁与遮焰体之间的空隙也不应堵塞。

然后在遮焰体上放置铁圆罩，使热量能够分布均匀。此外，在罩底边缘的三个地点各垫入一块石棉垫（面积约 1 厘米²），使石油产品的蒸汽燃烧均匀。

整套仪器要装设在通风橱内进行试验，但橱内的通风不应过于强烈。

7. 在外铁坩埚下方放置强烈燃烧的喷灯，并记录开始加热的时间。此时，火焰要有适当高度和强度（但不冒烟），

能连续加热 11 ± 3 分钟，才使罩上的蒸汽开始着火。

如果这段时间过短，就使试油发生泡沫，或使罩上出现过高的火焰。

在罩上发现有烟时，立即移动喷灯，使火焰集中于外铁坩埚的一边，引起试油的蒸汽燃烧。如果不便移动喷灯，也可以用点燃的木片或纸片将罩上的蒸汽点燃。

8. 试油蒸汽燃烧时，立即将灯的火焰调小（必要时可将喷灯暂时移开），控制蒸汽均匀燃烧，并使罩上的火焰高度不超过火桥（50毫米）。如果罩上的火焰将要消失就增强加热。试油蒸汽停止燃烧而在罩上看不到蓝烟时，即认为燃烧阶段终结。

含残炭1%以下的试油，燃烧阶段必须连续 13 ± 2 分钟；含残炭大于1%的试油，可以延长至 17 ± 3 分钟。

9. 燃烧阶段终结时，必须增强喷灯的火焰（此时，喷灯的锥形还原焰不应触及坩埚底部）使外铁坩埚的底部和下半部烧成赤热。坩埚的煅烧应准确进行7分钟。

10. 煅烧经过7分钟（即最后阶段）时，就将灯移开；停止加热经过三分钟，取出铁圆罩和外铁坩埚的盖；再经过15分钟，用热的坩埚钳将磁坩埚移入干燥器中冷却30~40分钟。然后，称取磁坩埚重量，称准至0.0002克。

注：在确定试验结果时，应注意残炭的性质。试验不含添加物的润滑油时，残炭应具有光泽而且呈现鳞片状；否则测定结果无效。试验含有添加物的润滑油时，残炭可能呈现松散状而且难从坩埚壁上剥落。

四、计 算

11. 试油的残炭百分率（X），按下式计算：

$$X = \frac{G_1 \times 100}{G}$$

式中 G_1 ——残炭的重量，克；
 G ——试油的重量，克。

五、精 确 度

12. 平行测定的两个结果的差数，不应超过较小结果的10%。

13. 用平行测定的两个结果的算术平均值，作为试油残炭的结果。

例 1：第一次残炭测定结果……………0.54%
 第二次残炭测定结果……………0.58%
 平行测定结果的差数……………0.04%

$$\text{允许差数} = \frac{0.54 \times 10}{100} = 0.054\%$$

在这种情况下，平行测定的两个结果都合乎要求。

例 2：第一次残炭测定结果…………… 4.1%
 第二次残炭测定结果…………… 3.5%
 两次测定结果的差数…………… 0.6%

$$\text{允许差数} = \frac{3.5 \times 10}{100} = 0.35\%$$

在这种情况下，两次测定结果的差数已大于允许值的0.35%，应重复试验。

运动粘度与恩氏（条件）粘度换算表

厘沱	条件度	厘沱	条件度	厘沱	条件度	厘沱	条件度	厘沱	条件度	厘沱	条件度
1.00	1.00	5.20	1.41	9.40	1.80	16.2	2.51	24.6	3.51	33.0	4.59
1.10	1.01	5.30	1.42	9.50	1.81	16.4	2.53	24.8	3.53	33.2	4.61
1.20	1.02	5.40	1.42	9.60	1.82	16.6	2.55	25.0	3.56	33.4	4.64
1.30	1.03	5.50	1.43	9.70	1.83	16.8	2.58	25.2	3.58	33.6	4.66
1.40	1.04	5.60	1.44	9.80	1.84	17.0	2.60	25.4	3.61	33.8	4.69
1.50	1.05	5.70	1.45	9.90	1.85	17.2	2.62	25.6	3.63	34.0	4.72
1.60	1.06	5.80	1.46	10.0	1.86	17.4	2.65	25.8	3.65	34.2	4.74
1.70	1.07	5.90	1.47	10.1	1.87	17.6	2.67	26.0	3.68	34.4	4.77
1.80	1.08	6.00	1.48	10.2	1.88	17.8	2.69	26.2	3.70	34.6	4.79
1.90	1.09	6.10	1.49	10.3	1.89	18.0	2.72	26.4	3.73	34.8	4.82
2.00	1.10	6.20	1.50	10.4	1.90	18.2	2.74	26.6	3.76	35.0	4.85
2.10	1.11	6.30	1.51	10.5	1.91	18.4	2.76	26.8	3.78	35.2	4.87
2.20	1.12	6.40	1.52	10.6	1.92	18.6	2.79	27.0	3.81	35.4	4.90
2.30	1.13	6.50	1.53	10.7	1.93	18.8	2.81	27.2	3.83	35.6	4.92
2.40	1.14	6.60	1.54	10.8	1.94	19.0	2.83	27.4	3.86	35.8	4.95
2.50	1.15	6.70	1.55	10.9	1.95	19.2	2.86	27.6	3.89	36.0	4.98
2.60	1.16	6.80	1.56	11.0	1.96	19.4	2.88	27.8	3.92	36.2	5.00
2.70	1.17	6.90	1.56	11.2	1.98	19.6	2.90	28.0	3.95	36.4	5.03
2.80	1.18	7.00	1.57	11.4	2.00	19.8	2.92	28.2	3.97	36.6	5.05
2.90	1.19	7.10	1.58	11.6	2.01	20.0	2.95	28.4	4.00	36.8	5.08
3.00	1.20	7.20	1.59	11.8	2.03	20.2	2.97	28.6	4.02	37.0	5.11
3.10	1.21	7.30	1.60	12.0	2.05	20.4	2.99	28.8	4.05	37.2	5.13
3.20	1.21	7.40	1.61	12.2	2.07	20.6	3.02	29.0	4.07	37.4	5.16
3.30	1.22	7.50	1.62	12.4	2.09	20.8	3.04	29.2	4.10	37.6	5.18
3.40	1.23	7.60	1.63	12.6	2.11	21.0	3.07	29.4	4.12	37.8	5.21

(续表)

原池	条件度	原池	条件度	原池	条件度	原池	条件度	原池	条件度	原池	条件度
3.50	1.24	7.70	1.64	12.8	2.13	21.2	3.09	29.6	4.15	38.0	5.24
3.60	1.25	7.80	1.65	13.0	2.15	21.4	3.12	29.8	4.17	38.2	5.26
3.70	1.26	7.90	1.66	13.2	2.17	21.6	3.14	30.0	4.20	38.4	5.29
3.80	1.27	8.00	1.67	13.4	2.19	21.8	3.17	30.2	4.22	38.6	5.31
3.90	1.28	8.10	1.68	13.6	2.21	22.0	3.19	30.4	4.25	38.8	5.34
4.00	1.29	8.20	1.69	13.8	2.24	22.2	3.22	30.6	4.27	39.0	5.37
4.10	1.30	8.30	1.70	14.0	2.26	22.4	3.24	30.8	4.30	39.2	5.39
4.20	1.31	8.40	1.71	14.2	2.28	22.6	3.27	31.0	4.33	39.4	5.42
4.30	1.32	8.50	1.72	14.4	2.30	22.8	3.29	31.2	4.35	39.6	5.44
4.40	1.33	8.60	1.73	14.6	2.33	23.0	3.31	31.4	4.38	39.8	5.47
4.50	1.34	8.70	1.73	14.8	2.35	23.2	3.34	31.6	4.41	40.0	5.50
4.60	1.35	8.80	1.74	15.0	2.37	23.4	3.36	31.8	4.43	40.2	5.52
4.70	1.36	8.90	1.75	15.2	2.39	23.6	3.39	32.0	4.46	40.4	5.54
4.80	1.37	9.00	1.76	15.4	2.42	23.8	3.41	32.2	4.48	40.6	5.57
4.90	1.38	9.10	1.77	15.6	2.44	24.0	3.43	32.4	4.51	40.8	5.60
5.00	1.39	9.20	1.78	15.8	2.46	24.2	3.46	32.6	4.54	41.0	5.63
5.10	1.40	9.30	1.79	16.0	2.48	24.4	3.48	32.8	4.56	41.2	5.65
41.4	5.68	48.6	6.62	55.8	7.57	63.0	8.53	70.2	9.50	87	11.8
41.6	5.70	48.8	6.65	56.0	7.60	63.2	8.55	70.4	9.53	88	11.9
41.8	5.73	49.0	6.68	56.2	7.62	63.4	8.58	70.6	9.55	89	12.0
42.0	5.76	49.2	6.70	56.4	7.65	63.6	8.60	70.8	9.58	90	12.2
42.2	5.78	49.4	6.73	56.6	7.68	63.8	8.63	71.0	9.61	91	12.3
42.4	5.81	49.6	6.76	56.8	7.70	64.0	8.66	71.2	9.63	92	12.4
42.6	5.84	49.8	6.78	57.0	7.73	64.2	8.68	71.4	9.66	93	12.6
42.8	5.86	50.0	6.81	57.2	7.75	64.4	8.71	71.6	9.69	94	12.7
43.0	5.89	50.2	6.83	57.4	7.78	64.6	8.74	71.8	9.72	95	12.8

(续表)

原池	条件度	原池	条件度	原池	条件度	原池	条件度	原池	条件度	原池	条件度
43.2	5.92	59.4	6.86	57.6	7.81	64.8	8.77	72.0	9.75	96	13.0
43.4	5.95	59.6	6.89	57.8	7.83	65.0	8.80	72.2	9.77	97	13.1
43.6	5.97	59.8	6.91	58.0	7.86	65.2	8.82	72.4	9.80	98	13.2
43.8	6.00	51.0	6.94	58.2	7.88	65.4	8.85	72.6	9.82	99	13.4
44.0	6.02	51.2	6.96	58.4	7.91	65.6	8.87	72.8	9.85	100	13.5
44.2	6.05	51.4	6.99	58.6	7.94	65.8	8.90	73.0	9.88	101	13.6
44.4	6.08	51.6	7.02	58.8	7.97	66.0	8.93	73.2	9.90	102	13.8
44.6	6.10	51.8	7.04	59.0	8.00	66.2	8.95	73.4	9.93	103	13.9
44.8	6.13	52.0	7.07	59.2	8.02	66.4	8.98	73.6	9.95	104	14.1
45.0	6.16	52.2	7.09	59.4	8.05	66.6	9.00	73.8	9.98	105	14.2
45.2	6.18	52.4	7.12	59.6	8.08	66.8	9.03	74.0	10.01	106	14.3
45.4	6.21	52.6	7.15	59.8	8.10	67.0	9.06	74.2	10.03	107	14.5
45.6	6.23	52.8	7.17	60.0	8.13	67.2	9.08	74.4	10.06	108	14.6
45.8	6.26	53.0	7.20	60.2	8.15	67.4	9.11	74.6	10.09	109	14.7
46.0	6.28	53.2	7.22	60.4	8.18	67.6	9.14	74.8	10.12	110	14.9
46.2	6.31	53.4	7.25	60.6	8.21	67.8	9.17	75.0	10.15	111	15.0
46.4	6.34	53.6	7.28	60.8	8.23	68.0	9.20	76	10.3	112	15.1
46.6	6.36	53.8	7.30	61.0	8.26	68.2	9.22	77	10.4	113	15.3
46.8	6.39	54.0	7.33	61.2	8.28	68.4	9.25	78	10.5	114	15.4
47.0	6.42	54.2	7.35	61.4	8.31	68.6	9.28	79	10.7	115	15.6
47.2	6.44	54.4	7.38	61.6	8.34	68.8	9.31	80	10.8	116	15.7

(续表)

厘沲	条件度	厘沲	条件度	厘沲	条件度	厘沲	条件度	厘沲	条件度	厘沲	条件度
47.4	6.47	54.6	7.41	61.8	8.37	69.0	9.34	81	10.9	117	15.8
47.6	6.49	54.8	7.44	62.0	8.40	69.2	9.36	82	11.1	118	16.2
47.8	6.52	55.0	7.47	62.2	8.42	69.4	9.39	83	11.2	119	16.1
48.0	6.55	55.2	7.49	62.4	8.45	69.6	9.42	84	11.4	120	16.2
48.2	6.57	55.4	7.52	62.6	8.48	69.8	9.45	85	11.5		
48.4	6.60	55.6	7.55	62.8	8.50	70.0	9.48	86	11.6		

对于更高的厘沲数，需用下式换算：

$$E_t = 0.135u_t \quad V_t = 7.41E_t$$

式中： E_t ——石油产品在温度 t 时的恩氏粘度，条件度；

V_t ——石油产品在温度 t 时的运动粘度，厘沲。

1. 标准溶液

1 N, 0.5 N, 0.1 N, 0.05 N, 0.02 N 盐酸标准溶液。

1 N, 0.5 N, 0.2 N, 0.1 N, 0.01 N 硫酸标准溶液。

0.1 N, 0.05 N, 0.01 N 草酸标准溶液。

1 N, 0.5 N, 0.2 N, 0.1 N, 0.05 N, 0.01 N 氢氧化钠标准溶液。

0.25 N, 0.1 N, 0.05 N 重铬酸钾基准溶液。

0.2 N, 0.1 N, 0.05 N 硫代硫酸钠标准溶液。

0.1 N, 0.05 N, 0.04 N, 0.01 N 高锰酸钾标准溶液。

0.1 N 碘标准溶液。

0.1 N 亚砷酸钠标准溶液。

0.1 N, 0.05 N 硝酸银标准溶液。

0.1 N, 0.01 N 氯化钠基准溶液。

0.01 N 硝酸汞标准溶液。

0.1 N 硫酸亚铁铵标准溶液。

0.05 N, 0.02 N 锌基准溶液。

0.05 N, 0.02 N 氧化锌基准溶液。

0.05 N, 0.02 N 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准溶液。

0.05 N 硫酸铜标准溶液。

0.5 N, 0.05 N 氢氧化钾乙醇溶液。

0.2 N, 0.05 N 氢氧化钾标准溶液。

0.1 N 硫氰化铵标准溶液。

0.1 氢氧化钡标准溶液。

0.05 N 三氯化铁标准溶液。

0.05 N 钡镁混合溶液。

铬酸钾标准比色液。
硫酸钠标准比色液。
标准铜比色液。
标准铁比色液（三氧化二铁）。
标准铁比色液（铁）。
标准锰比色液。
标准二氧化钛比色液。
磷酸二氢钾标准溶液（比色用）。

2. 一般试剂及溶液

86%，72%，25%，20%，5% 硫酸溶液。
4 N 硫酸溶液。
12%，2% 盐酸溶液。
6 N 盐酸溶液。
6 N，1 N 硝酸溶液。
比重1.2硝酸溶液。
20%，10% 醋酸溶液。
2.5N，2 N，1 N 醋酸溶液。
1:1 氢氧化钠溶液。
24%，17.5%，12%，10%，9.5%，1% 氢氧化钠溶液。
2 N 氢氧化钠溶液。
10%，3.5%，2.5% 氢氧化铵溶液。
20%，10%，2% 氯化钡溶液。
0.5N 氯化钡溶液。
20%，10% 碘化钾溶液。
1 N 碘化钾溶液。

50%，15%，10%，5% 硫氰化铵溶液。
4 N 硫氰化铵溶液。
5%，0.5%，1% 草酸铵溶液。
10% 碳酸铵溶液。
10%，25% 磺基水杨酸溶液。
10% 氯化锡溶液。
10%，5%，2%，1% 硝酸银溶液。
10% 硫酸锌溶液。
10% 草酸溶液。
10%，2% 硝酸铵溶液。
2% 亚硫酸钠溶液。
20%，10% 水杨酸溶液。
1% 动物胶溶液。
18%，3% 过氧化氢溶液。
1% 钼酸铵溶液。
钼酸铵饱和溶液。
5% 硫酸高铁溶液。
弗林溶液 I，弗林溶液 II。
溴酸钠—溴化钠混合溶液。
醋酸苯胺溶液。
中性酒精。
7.5% 硫酸汞混合溶液。
7% 氯化高汞饱和溶液。
盐酸——乙醇溶液。
1 M 氯化钙溶液。
24% 氯化钠——盐酸溶液。

1 % 四硼酸钠溶液。
48 % 硫酸锰溶液。（水中溶解氧的测定）
碱性碘化钾溶液。
硫酸锰——混酸溶液。（黑液中耗氧量的测定）
柠檬酸铵溶液。（1:1）
镁铵混合剂。
氯化钾溶液。
硫酸——磷酸混酸溶液
4 M 醋酸钠溶液。
2 % 盐酸羟胺溶液。
1 % 邻菲罗林盐酸溶液。
5 % 乙二醇四乙酸二钠溶液。
1 % 二乙基二硫氨基甲酸钠溶液。
硝酸氧铀试剂。
醋酸——醋酸钠缓冲溶液。
醋酸——醋酸铵缓冲溶液（ $\text{pH} \approx 4.5$ ）。
醋酸——醋酸铵缓冲溶液（ $\text{pH} \approx 6$ ）。
氨——氯化铵缓冲溶液（ $\text{pH} \approx 10$ ）。
亚硝酸钴钠试剂。
亚硫酸溶液。（约 0.16N）
氯水 $6 \pm 0.5\text{g/l}$ （约 0.16 N）。
99.8 % 氯气。
韦氏溶液。
饱和石碳酸溶液。（10%）
0.5N 碳酸钠溶液
0.5N 氯化锌溶液

铜铵溶液。
30%三乙醇胺。
0.01N 氯化钾溶液（二次结晶）。
20%磷酸氢二铵溶液。
2%氯化铵溶液。
20%，50%中性酒石酸钾钠溶液。
0.5%苦味酸溶液。
希氏试剂。
米氏试剂。
赫兹波格染剂（氯化锌碘染剂）。
格拉夫“C”染剂。
舍律格尔染剂。
苯醇混合液（2:1）。
齐墨曼一思哈特溶液。
醋酸氧铈锌溶液。
萨氏试剂。
氧化锌氧化剂
0.5N 三氯化铁溶液
5%硫酸锰溶液

8. 指示剂

0.1%甲基橙指示剂。
0.1%甲基红指示剂。
1%酚酞指示剂。
0.04%酚红指示剂。
0.1%，1%百里香酚酞指示剂。

- 0.75% 碱蓝 6 B 溶液。
- 5%，10% 铬酸钾指示剂。
- 0.5% 络黑 T 指示剂。
- 1% 二苯胺指示剂。
- 0.25%，0.5% 淀粉指示剂。
- 淀粉碘化钾——指示剂。
- 淀粉碘化钾——试纸。
- 刚果红试纸。
- 1% 二苯基偶氮碳酰肼指示剂。
- 0.2% 孔雀绿指示剂。
- 0.2% 亚硝基红盐指示剂。
- 甲基红——亚甲基蓝混合指示剂。
- 1% 钙指示剂。
- 0.1% 橙素 II 指示剂。
- 2%，5% 紫尿酸铵与氯化钠混合指示剂。
- 2% 络黑蓝与氯化钠混合指示剂。
- 1% 钛黄指示剂。
- 铁铵矾饱和溶液。
- 0.1% 番红液 (N-苯(基)二氮杂蒽染料)。
- 0.1% 茜素蓝(染料)溶液。
- 醋酸铅试纸。
- 0.5% 二苯胺磺酸钠指示剂。
- 酸性铬蓝 K—萘酚绿 B 混合指示剂。
- 0.1% 钙黄绿素指示剂。
- 0.5% 酸性铬蓝 K。

4. 指示剂 pH 变色域测定法

1. 标准溶液制备及标定

(一) 一般规定

(1) 本标准中所用之水在没有注明其他要求时，系指蒸馏水或离子交换水。

(2) 本标准中所用试剂规定为一，二级品（即G、R优级纯，A. R. 分析纯）。

(3) 配制0.02N或更稀的标准溶液时，应于临用前将浓度较高的标准溶液用煮沸并冷却的蒸馏水稀释，必要时重新标定之。

(二) 标准溶液配制与标定：

1N, 0.5N, 0.1N, 0.05N, 0.02N, 盐酸标准溶液（1升中含有36.5克，18.3克，3.65克，1.83克，0.73克HCl）。

(1) 盐酸体积V按下式计算：

$$V = \frac{G}{1.19 \times 0.38}$$

式中：1.19——浓盐酸比重。

0.38——盐酸的百分含量。

G——盐酸重量，克。

(2) 配制：1N盐酸标准溶液，量取85毫升盐酸，（比重1.19）稀释至1000毫升。摇匀备用。

0.5N 盐酸标准溶液：量取 42 毫升盐酸（比重 1.19）稀释至 1000 毫升，摇匀备用。

0.1N 盐酸标准溶液：量取 8.5 毫升盐酸（比重 1.19）稀释至 1000 毫升。摇匀备用。

0.05N 盐酸标准溶液：量取 4.2 毫升盐酸（比重 1.19）稀释至 1000 毫升。摇匀备用。

0.02N 盐酸标准溶液：精确量取一定量已知较高浓度的盐酸标准溶液，准确稀释至一定体积。其溶液稀释按下式计算：

$$NV = N_1V_1$$

式中：N——已知较高浓度的盐酸标准液当量数。

V——已知较高浓度的盐酸体积，毫升。

N_1 ——0.02。

V_1 ——欲配制的 0.02N 盐酸标准溶液的毫升数。

(3) 标定：

1N 盐酸标准溶液：称取 2 克（准确至 0.0002 克）于 270—300°C 灼烧至恒重的基准无水碳酸钠于洁净的锥形瓶中，灼烧方法如下：

称取约 6 克的基准无水碳酸钠于洁净的铂坩埚中，将此坩埚放入一较大的铁制或磁制坩埚中为使内面坩埚稳固，周围留有约 1 厘米的空隙，因此在底部垫有铜制三角支架，然后将此一并置于沙浴上，四周用沙堆复，上方悬挂一支 350°C 的温度计，使其恰好插入碳酸钠内，但勿使温度计的水银球与坩埚底部接触，于是小心加热灼烧开始迅速升温至 270°C，以后半小时缓慢升至 300°C，不断用温度计轻轻搅和，使受热均匀，在 270—300°C 灼烧半小时，取出内面坩埚，冷却

称重。再重复灼烧至恒重。

将称量好的碳酸钠溶于80毫升水中，加入1~2滴0.1%甲基橙指示剂，用1N盐酸滴定至橙红色。

0.5N盐酸标准溶液：称取于270°~300°C灼烧至恒重的基准无水碳酸钠1克（准确至0.0002克）。溶于80毫升水中加1~2滴0.1%甲基橙指示剂，用0.5N盐酸滴定至溶液呈橙红色。

0.1N盐酸标准溶液：称取于270~300°C灼烧至恒重的基准无水碳酸钠0.2克（准确至0.0002克）于50毫升水中，加1~2滴0.1%甲基橙指示剂用0.1N盐酸滴定至呈橙红色。

0.05N盐酸标准溶液，称取于270~300°C灼烧至恒重的基准无水碳酸钠0.1克（准确至0.0002克）溶于50毫升水中，加0.1%甲基橙指示剂，用0.05N盐酸溶液滴定至呈橙色。

(4) 计算：

盐酸标准溶液当量浓度按下式计算

$$N = \frac{G}{V \times 0.053}$$

式中：G——基准无水碳酸钠量，克。

V——盐酸标准溶液用量，毫升。

0.053——每毫克当量碳酸钠之克数。

1N, 0.5N, 0.2N, 0.1N, 0.01N 硫酸标准溶液

(1升中含有49克, 24.5克, 9.8克, 4.9克, 0.49克 H₂SO₄)

硫酸体积V按本节第(二)条第(1)款进行。

(1) 配制：

1 N 硫酸标准溶液：量取 30 毫升硫酸（比重 1.84）于预先盛有水的 1000 毫升容量瓶中，冷却，稀释至刻度。摇匀备用。

0.5 N 硫酸标准溶液：量取 15 毫升硫酸（比重 1.84）于预先盛水的 1000 毫升容量瓶中，冷却，稀释至刻度。摇匀备用。

0.2 N 硫酸标准溶液：量取 6 毫升硫酸（比重 1.84）于预先盛有水的 1000 毫升容量瓶中，冷却，稀释至刻度。摇匀备用。

0.1 N 硫酸标准溶液：量取 3 毫升硫酸（比重 1.84）于预先盛水的 1000 毫升容量瓶中，冷却，稀释至刻度。摇匀备用。

0.01 N 硫酸标准溶液，精确量取一定量已知较高浓度硫酸标准溶液，准确稀释至一定体积。硫酸标准溶液用量按本节第（二）条第（2）款进行。（2）标定：方法按照本节第（二）条第（3）款进行。

0.1 N, 0.05 N, 0.01 N 草酸标准溶液：（1 升中含有 6.3 克，3.2 克，0.63 克 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）。

（1）配制：

0.1 N 草酸标准溶液：称取 6.3 克 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 1000 毫升容量瓶中。摇匀备用。

0.05 N 草酸标准溶液：称取 3.2 克 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 1000 毫升容量瓶中。摇匀备用。

0.01 N 草酸标准溶液，精确量取一定量已知的较高浓度的草酸标准溶液，准确稀释至一定体积。草酸标准溶液用量计算按本节第（2）条第（2）款进行。

(2) 标定:

精确量取25毫升草酸溶液于锥形瓶中, 加50毫升水及5毫升硫酸(比重1.84)。用0.1N高锰酸钾标准溶液滴定之, 近终点时, 加热至70°C, 继续滴定, 至溶液呈粉红色保持30秒钟不褪色为止。

(3) 计算:

草酸标准溶液当量浓度N按下式计算:

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中: V_1 ——0.1N高锰酸钾标准溶液用量, 毫升;

N_1 ——0.1N高锰酸钾标准溶液当量浓度;

V ——0.1N草酸溶液用量, 毫升。

0.05N草酸标准溶液可用0.05N高锰酸钾标准溶液标定之, 其方法与0.1N草酸标准溶液标定相同。

1N, 0.5N, 0.2N, 0.1N, 0.05N, 0.01N氢氧化钠标准溶液(1升中含有40克, 20克, 8克, 4克, 2克, 0.4克NaOH)。

(1) 配制:

1N氢氧化钠标准溶液: 量取1:1氢氧化钠澄清液53毫升, (1:1氢氧化钠的配制见本章第2节第(二)条) 注入1000毫升容量瓶中, 用新煮沸不含CO₂的冷却水稀释至刻度, 摇匀备用。

0.5N氢氧化钠标准溶液: 量取1:1氢氧化钠澄清液26毫升, 注入1000毫升容量瓶中, 用新煮沸不含CO₂的冷却水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

0.2N氢氧化钠标准溶液: 量取1:1氢氧化钠澄清液11

毫升注入1000毫升容量瓶中，用新煮沸不含 CO_2 的冷却水稀释至刻度，摇匀备用。

0.1N 氢氧化钠标准溶液：量取1:1氢氧化钠澄清液 5 毫升于1000毫升容量瓶中，用新煮沸不含 CO_2 的冷却水稀释至刻度，摇匀备用。

0.05N 氢氧化钠标准溶液：量取1:1氢氧化钠澄清液2.5毫升注入1000毫升容量瓶中，用新煮沸不含 CO_2 的冷却水稀释至刻度，摇匀备用。

0.01N 氢氧化钠标准溶液：精确量取一定量已知较高浓度的氢氧化钠标准溶液用新煮沸不含 CO_2 的冷却水准确稀释至一定体积。稀释溶液的计算按照本节第（二）条第（2）款进行。

（2）标定：

1 N 氢氧化钠标准溶液：精确量取 1 N 氢氧化钠溶液 25 毫升，于250毫升锥形瓶中，加 2 ~ 3 滴酚酞指示剂，用 1N 盐酸滴定至红色恰好消失为止。

0.5N 氢氧化钠标准溶液：精确量取0.5N 氢氧化钠溶液 25毫升于250毫升锥形瓶中，加 2 ~ 3 滴酚酞指示剂，用 1 N 盐酸标准溶液滴定至红色恰好消失为止。

0.2N 氢氧化钠标准溶液：精确量取 0.2N 氢氧化钠溶液 25毫升于250毫升锥形瓶中，加 2 ~ 3 滴酚酞指示剂，用 0.2N 硫酸标准溶液滴定至红色恰好消失为止。

0.1N 氢氧化钠标准溶液：精确量取0.1N 氢氧化钠溶液 25毫升于250毫升锥形瓶中加 2 ~ 3 滴酚酞指示剂，用 0.1N 盐酸标准溶液滴定至红色恰好消失为止。

0.05N 氢氧化钠标准溶液：精确量取0.05N 氢氧化钠溶

液25毫升于250毫升锥形瓶中加2~3滴酚酞指示剂,用0.05N盐酸标准溶液滴定至红色恰好消失为止。

(3) 计算:

氢氧化钠标准溶液的当量浓度N按下式计算:

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中: V_1 ——盐酸标准溶液用量, 毫升;

N_1 ——盐酸标准溶液当量浓度;

V ——氢氧化钠溶液用量, 毫升。

0.25N, 0.1N, 0.05N重铬酸钾基准溶液

0.25N重铬酸钾基准溶液: 称取于120°C烘至恒重的基准重铬酸钾12.2588克(准确至0.0002克)置于400毫升烧杯中, 加新煮沸不含CO₂的冷却水溶解, 待溶解完全后, 再移入1000毫升容量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀备用。

0.1N重铬酸钾基准溶液: 称取于120°C烘至恒重的基准重铬酸钾4.9035克(准确至0.0002克)置于400毫升烧杯中, 加新煮沸不含CO₂的冷却水溶解待溶解完全后, 再移入1000毫升容量瓶中, 并稀释至刻度摇匀备用。

0.05重铬酸钾基准溶液: 称取于120°C烘至恒重的基准重铬酸钾2.4518克(准确至0.0002克)置于400毫升烧杯中, 加新煮沸不含CO₂的冷却水溶解待溶解完全后, 再移入1000毫升容量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 备用。

0.2N, 0.1N, 0.05N硫代硫酸钠标准溶液: (1升含有49.6克; 24.82克, 12.41克Na₂S₂O₃·5H₂O)。

(1) 配制:

0.2N硫代硫酸钠标准溶液: 称取硫代硫酸钠50克及0.4

克无水碳酸钠，溶于1000毫升水中，缓和煮沸10分钟，冷却。将溶液保存于具塞瓶中，放置数日后过滤备用。

0.1N硫代硫酸钠标准溶液：称取硫代硫酸钠25克及0.2克无水碳酸钠，溶于1000毫升水中，其余操作同前。

0.05N硫代硫酸钠标准溶液：称取12.5克硫代硫酸钠及0.1克无水碳酸钠其余操作同前。

(2) 标定：

0.2N硫代硫酸钠标准溶液：

①称取于120°C烘至恒重的基准重铬酸钾0.4克(准确至0.0002克)。置于500毫升定碘瓶中，溶于25毫升的水中，加2克碘化钾及20毫升4N硫酸或5毫升盐酸(比重1.19)待碘化钾溶解后，于暗处放置10分钟，加250毫升水，用0.2N硫代硫酸钠滴定，近终点时加3毫升0.5%淀粉指示剂，继续滴定至溶液由蓝色转变成亮蓝绿色。硫代硫酸钠标准溶液当量浓度N按下式计算。

$$N = \frac{G}{V \times 0.04903}$$

式中：G——基准重铬酸钾重量，克；

V——硫代硫酸钠溶液用量，毫升；

0.04903——每毫克当量重铬酸钾克数。

②精确量取0.25N重铬酸钾基准溶液25毫升于500毫升定碘瓶中，加2克碘化钾及20毫升4N硫酸。放置暗处10分钟，加250毫升水，用0.2N硫代硫酸钠溶液滴定至近终点时加3毫升0.5%淀粉指示剂，继续滴定至溶液由蓝色转变成亮蓝绿色。硫代硫酸钠标准溶液当量浓度N按下式计算。

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中： V_1 ——重铬酸钾基准溶液用量，毫升；

N_1 ——重铬酸钾当量浓度；

V ——硫代硫酸溶液用量，毫升。

0.1N 硫代硫酸钠标准溶液：称取于 120°C 干燥至恒重的基准重铬酸钾0.2克（准确至0.0002克）于500毫升定碘瓶中其余操作与0.2N硫代硫酸钠的标定方法①同。也可直接用0.1N重铬酸钾基准溶液进行测定，其浓度仍与0.2N硫代硫酸钠的标定方法②同。

0.05N 硫代硫酸钠标准溶液，称取于 120°C 烘至恒重的基准重铬酸钾0.1克（准确至0.0002克）于500毫升定碘瓶中，其余操作与0.2N硫代硫酸钠的标定方法①同。也可直接用0.05N重铬酸钾基准溶液，测定其浓度仍与0.2N的硫代硫酸钠的标定方法②同。

0.1N, 0.05N, 0.04N, 0.01N高锰酸钾标准溶液（1升中含3.16克，1.58克，1.26克，0.316克 KMnO_4 ）。

（1）配制：

0.1N高锰酸钾标准溶液：称取3.3克高锰酸钾置于1000毫升烧杯中，加入1000毫升水溶解之，缓缓煮沸20~30分钟，贮存于带玻璃塞的细口瓶中（放置暗处），数日后用石棉或玻璃滤器过滤，滤液保存于棕色具玻璃塞的细口瓶中。

0.05N高锰酸钾标准溶液：称取1.58克高锰酸钾置于1000毫升烧杯中其余操作与前同。

0.04N高锰酸钾标准溶液：称取1.26克高锰酸钾置于1000毫升烧杯中其余操作同前。

0.01N高锰酸钾标准溶液：精确量取100毫升已校正浓度的0.1N高锰酸钾标准溶液于1000毫升容量瓶中，加入新煮沸不含CO₂的冷却水稀释至刻度，摇匀备用。

(2) 标定：

0.1N高锰酸钾标准溶液：称取于105~110°C烘至恒重的基准草酸钠0.2克（准确至0.0002克）。溶于50毫升水中，加8毫升硫酸（比重1.84），用0.1N高锰酸钾溶液滴定至近终点时，加热至70°C继续滴定至粉红色保持30秒钟。

0.05N高锰酸钾标准溶液：称取于105~110°C烘至恒重的基准草酸钠0.1克（准确至0.0002克）其余操作同上。

0.04N高锰酸钾标准溶液：称取于105~110°C烘至恒重的基准草酸钠0.1克（准确至0.0002克）其余操作同上。

(3) 计算

高锰酸钾标准溶液当量浓度N按下式计算：

$$N = \frac{G}{V \times 0.06700}$$

式中：G——基准草酸钠重量，克；

V——高锰酸钾溶液用量，毫升；

0.06700——每毫克当量Na₂C₂O₄之克数。

0.1N碘标准溶液（1升中含12.6904克I₂）

(1) 配制：称取13克碘片及35克碘化钾于烧杯中加入50毫升水，搅拌使碘片全部溶解，稀释至1000毫升，盛于棕色具玻塞细口瓶中，摇匀放置暗处冷却的地方备用。

(2) 标定：精确量取25毫升碘液于250毫升定碘瓶中，加入5毫升20%醋酸用新标定的0.1N硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色时加入3毫升淀粉指示剂，继续滴至蓝色消失。

(5) 计算

碘标准溶液量当浓度 N 按下式计算:

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中: V_1 ——0.1N 硫代硫酸钠标准溶液用量, 毫升;

N_1 ——硫代硫酸钠当量浓度

V ——碘溶液用量, 毫升。

0.1N 亚砷酸钠标准溶液: (1 升中含 4.945 克 As_2O_3)

(1) 配制: 称取 5 克三氧化二砷于烧杯中加入 30 毫升水及 2.5 克固体氢氧化钠, 微热至全溶解。以蓝色石蕊试纸试之, 用 1N 盐酸溶液中和至呈中性。然后加入溶有 25 克碳酸氢钠的溶液 400 毫升。将此混合溶液移至 1000 毫升的容量瓶中并稀释至刻度。摇匀备用。

(2) 标定: 精确量取 25 毫升碘标准溶液于 250 毫升带玻璃塞的锥形瓶中, 加入 25 毫升水稀释之, 用 0.1N 亚砷酸钠溶液滴定至淡黄色时, 加 2~3 毫升淀粉指示剂, 继续滴定至蓝色恰好消失。

(3) 计算:

亚砷酸钠标准溶液当量浓度按下式计算:

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中: V_1 ——碘标准溶液用量, 毫升;

N_1 ——碘标准溶液当量浓度;

V ——亚砷酸钠溶液用量, 毫升。

0.1N, 0.05N 硝酸银标准溶液 (1 升中含 16.99 克, 8.5 克 $AgNO_3$)。

(1) 配制:

0.1N硝酸银标准溶液: 称取17克硝酸银溶解于水中, 移入1000毫升容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀备用。

0.05N硝酸银标准溶液: 称取8.5克硝酸银溶解于水中, 移入1000毫升容量瓶中加水稀释至刻度摇匀备用。

(2) 标定:

0.1N硝酸银标准溶液: 称取在500~600°C高温炉中灼烧两小时的基准氯化钠0.2克(准确至0.0002克), 溶解于100毫升水中, 加3~4滴5%铬酸钾指示剂; 用0.1N硝酸银溶液滴定至恰现红色。

0.05N硝酸银标准溶液: 称取在500—600°C高温炉中灼烧两小时的基准氯化钠0.1克(准确至0.0002克)溶解于100毫升水中, 加3—4滴5%铬酸钾指示剂用0.05N硝酸银滴定至恰现红色。

硝酸银标准溶液当量浓度N按下式计算:

$$N = \frac{G}{V \times 0.05845}$$

式中: G——基准氯化钠重量, 克;

V——硝酸银溶液用量, 毫升

0.05845——每毫克当量NaCl之克数。

0.1N, 0.01N氯化钠基准溶液: (1升中含5.846克, 0.5846克NaCl)。

0.1N氯化钠基准溶液: 精确称取在500—600°C灼烧两小时的基准氯化钠5.846克(准确至0.0002克)溶解于水中然后转移至1000毫升容量瓶中, 稀释至刻度。摇匀备用。

0.01N氯化钠基准溶液: 称取在500—600°C灼烧两小

时的基准氯化钠0.5846克（准确至0.0002克）溶解于水中，然后转移至1000毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀备用。

0.01N 硝酸汞标准溶液（1升中含1.713克 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）

（1）配制：称取1.713克硝酸汞溶于4毫升(1:1)硝酸中加热使其完全溶解，移入1000毫升容量瓶中，冷后加水稀释至刻度，摇匀，备用。

（2）标定：精确量取10毫升0.01N氯化钠基准溶液于150毫升锥形瓶中，加入20毫升乙醇（95%）溶液3滴1N硝酸及5滴2%二苯基代偶氮碳酰肼（Diphenylcarbazone）指示剂，摇匀徐徐滴入0.01N硝酸汞溶液至恰现紫色。

（3）计算：

硝酸汞标准溶液当量浓度N按下式计算：

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中： V_1 ——氯化钠基准溶液用量，毫升；

N_1 ——氯化钠基准溶液当量浓度；

V ——硝酸汞溶液用量，毫升。

0.1N硫酸亚铁铵标准溶液：（1升中含39.21克 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6(\text{H}_2\text{O})$ ）

（1）配制：称取40克硫酸亚铁铵，溶于300毫升4N硫酸中，再转移至1000毫升容量瓶中，加水稀释至刻度。摇匀备用。

（2）标定：精确量取25毫升0.1N硫酸亚铁铵溶液加25毫升煮沸而冷却的水，用0.1N高锰酸钾溶液滴定至呈粉红色保持30秒钟。

(3) 计算:

硫酸亚铁铵标准溶液当量浓度N按下式计算:

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中: V_1 ——高锰酸钾标准溶液用量, 毫升;

N_1 ——高锰酸钾标准溶液当量浓度;

V ——硫酸亚铁铵溶液用量毫升。

0.05N, 0.02N 锌基准溶液: (1升中含1.6342克, 0.6537克 Zn)。

0.05N 锌基准溶液: 称取1.6342克(准确至0.0002克)锌粒用10毫升1:1盐酸溶解, 再移入1000毫升容量瓶中准确稀释至刻度。摇匀备用。

0.02N 锌基准溶液: 称取0.6537克(准确至0.0002克)锌粒用10毫升1:1盐酸溶解, 再移入1000毫升容量瓶中, 准确稀释至刻度, 摇匀备用。

0.05N, 0.02N 氧化锌基准溶液: (1升中含2.0343克, 0.8137克 ZnO)。

0.05N 氧化锌基准溶液: 称取在 $800^{\circ}C$ 灼烧至恒重的基准氧化锌2.0343克(准确至0.0002克)溶于25毫升水及10毫升浓盐酸中, 再移入1000毫升容量瓶中, 准确稀释至刻度, 摇匀备用。

0.02N 氧化锌基准溶液: 称取在 $800^{\circ}C$ 灼烧至恒重的基准氧化锌0.8137克(准确至0.0002克)溶于25毫升水及4毫升浓盐酸中, 再移入1000毫升容量瓶准确稀释至刻度, 摇匀备用。

0.05N, 0.02N 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准溶液 (1升中含9.3克, 3.72克 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$)。

(1) 配制:

0.05N 乙二胺四乙酸二钠标准溶液: 称取10克乙二胺四乙酸二钠溶解于1000毫升水中, 摇匀备用。

0.02N 乙二胺四乙酸二钠标准溶液: 称取4克乙二胺四乙酸二钠溶解于1000毫升水中, 摇匀备用。

(2) 标定:

0.05N 乙二胺四乙酸二钠标准溶液, 精确量取25毫升锌, 或氧化锌基准溶液, 加水至约160毫升, 再滴加10%氨水至溶液pH \approx 8, 再加10毫升氨-氯化铵缓冲溶液, 及10滴络黑T指示剂。用0.05N 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至溶液由紫色转变为纯蓝色。

0.02N 乙二胺四乙酸二钠标准溶液: 以0.02N 锌或氧化锌基准溶液标定0.02N EDTA操作手续同上。

(3) 计算:

乙二胺四乙酸二钠标准溶液当量浓度N按下式计算:

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中: V_1 ——锌或氧化锌基准溶液用量, 毫升;

N_1 ——锌或氧化锌基准溶液当量浓度,

V ——乙二胺四乙酸二钠溶液用量毫升;

0.05N 硫酸铜标准溶液 (1升中含6.25克 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。

(1) 配制: 称取硫酸铜6.25克溶于200毫升水中, 加1:1硫酸4滴, 再稀释至1000毫升。

(2) 标定: 精确量取0.05N 乙二胺四乙酸二钠溶液20毫升, 加水稀释至100毫升左右, 加pH=4.5的醋酸-醋酸铵缓冲溶液20毫升和0.2%亚硝基红盐指示剂2毫升, 以0.05N

硫酸铜溶液进行滴定。溶液由黄色经翠绿色到草绿色为终点。

(3) 计算:

硫酸铜标准溶液当量浓度N按下式计算:

$$N = \frac{N_1 V_1}{V}$$

式中: N_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液当量浓度;

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液体积, 毫升

V ——硫酸铜溶液体积, 毫升。

0.5N, 0.05N 氢氧化钾乙醇溶液 (1升中含28.06克, 2.806克KOH)。

(1) 配制

0.5N氢氧化钾乙醇溶液, 称取30克氢氧化钾溶解于10毫升新煮沸不含 CO_2 的水中, 再加无水乙醇稀释至1000毫升。摇匀静置过夜, 以便使碳酸盐下沉。再缓缓倾出清澄液, 盛于棕色瓶中备用。

0.05N氢氧化钾乙醇溶液: 称取3克氢氧化钾溶解于10毫升新煮沸不含 CO_2 的水中其余操作与前同。

(2) 标定:

0.5N氢氧化钾乙醇溶液: 精确量取25毫升0.5N氢氧化钾乙醇溶液于250毫升锥形瓶中, 加2—3滴酚酞指示剂, 用0.5N盐酸标准溶液滴定至溶液恰好红色消失。

0.05N氢氧化钾乙醇溶液, 精确量取0.05N氢氧化钾乙醇溶液25毫升于250毫升锥形瓶中加2~3滴酚酞指示剂用0.05N盐酸标准溶液滴定至红色恰好消失。

(3) 计算

氢氧化钾乙醇溶液当量浓度N按下式计算:

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中： V_1 ——盐酸标准溶液用量毫升；

N_1 ——盐酸标准溶液当量浓度；

V ——氢氧化钾乙醇溶液用量毫升。

0.2N, 0.05N 氢氧化钾标准溶液 (1升中含 11.2克, 2.806克 KOH)。

(1) 配制：

0.2N 氢氧化钾标准溶液，称取 12 克固体氢氧化钾溶解于新煮沸不含 CO_2 并冷却水中，稀释至 1000 毫升。

0.05N 氢氧化钾标准溶液，称取 3 克固体氢氧化钾溶解于 1000 毫升新煮沸而不含 CO_2 的冷却水中，摇匀备用。

(2) 标定：精确量取 0.2N 或 0.05N 氢氧化钾溶液 25 毫升于 250 毫升锥形瓶中，加入 2 ~ 3 滴酚酞指示剂用相当浓度的盐酸标准溶液滴定至红色恰好消失。

(3) 计算：

氢氧化钾标准溶液当量浓度 N 按下式计算：

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中： V_1 ——盐酸标准溶液用量毫升；

N_1 ——盐酸标准溶液当量浓度；

V ——氢氧化钾溶液用量毫升。

0.1N 硫氰化铵标准溶液 (1升中含 7.611克 NH_4SCN)。

(1) 配制：称取 8 克硫氰化铵溶解于水，加水稀释至 1000 毫升。

(2) 标定：精确称取 0.5 克 (准确至 0.0002 克) 于 105 ~

110°C 干燥的硝酸银，溶于 100 毫升水中，加入新煮沸而已冷却的 6 N 硝酸溶液 10 毫升，和 1 毫升铁铵矾饱和溶液。用 0.1 N 硫氰化铵溶液滴定至恰现红色。

(3) 计算：

硫氰化铵溶液当量浓度 N 按下式计算：

$$N = \frac{G}{V \times 0.1699}$$

式中：G——硝酸银重量，克；

V——硫氰化铵溶液用量，毫升；

0.1699——每毫克当量 AgNO_3 之克数

0.1 N 氢氧化钡标准溶液：（1 升中含 15.8 克 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ）。

(1) 配制：称取 15.8 克氢氧化钡加水溶解，再稀释至 1000 毫升，摇匀备用。

(2) 标定：精确量取 25 毫升氢氧化钡溶液于 250 毫升锥形瓶中，加蒸馏水稀释至 100 毫升，加入 1~2 滴甲基橙指示剂，摇匀，用 0.1 N 盐酸标准溶液滴定至恰现红色，即为终点。

(3) 计算：

氢氧化钡溶液当量浓度 N 按下式计算：

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中：V₁——盐酸标准溶液用量，毫升；

N₁——盐酸标准溶液当量浓度，

V——氢氧化钡溶液用量毫升。

0.05 N 三氯化铁标准溶液，（1 升中含 4.506 克 $\text{FeCl}_3 \cdot$

6H₂O)

(1) 配制：称取5克 FeCl₃·6H₂O 溶解于水，加入数滴浓盐酸防止水解，再稀释至1000毫升。

(2) 标定：精确量取25毫升三氯化铁溶液，加入2—3滴磺基水杨酸，调整溶液pH 1—3（逐滴加入1:3盐酸至溶液呈现玫瑰色，再过量2滴），加热至50—60°C用0.05N 标准乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至黄色。

(3) 计算：

三氯化铁标准溶液当量浓度N按下式计算

$$N = \frac{V_1 \times N_1}{V}$$

式中：V₁——EDTA 标准溶液用量毫升；

N₁——EDTA 标准溶液当量浓度；

V——三氯化铁溶液用量，毫升。

0.05N 钡镁混合溶液：（1升中含BaCl₂·2H₂O 3.05克和MgCl₂·6H₂O 2.5克）

(1) 配制：称取二氯化钡3.05克及二氯化镁2.54克溶于蒸馏水中，然后在容量瓶中稀释至1000毫升摇匀，备用

(2) 标定：吸取5毫升钡镁混合溶液，注入250毫升锥形瓶中，加95毫升水及10毫升氨—氯化铵缓冲溶液，并加入5—10滴铬黑T指示剂，充分振荡后，用0.02N EDTA 标准溶液滴定至溶液由淡紫色经紫蓝色变为蓝色。按照当量浓度公式计算其当量浓度。

铬酸钾标准比色液：称取基准K₂CrO₄ 0.5300克（准确至0.0002克）用水溶解，再转移至1000毫升容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀备用。此溶液容1ml=0.1mg SiO₂。

硫酸钠标准比色液：精确称取0.22克基准无水硫酸钠， (Na_2SO_4) 溶解于水，再移入500毫升容量瓶中，加水稀释至刻度。摇匀备用。1毫升=0.3毫克 SO_4^{2-} 。

标准铜比色液：精确称取0.1000克化学纯铜溶于少量硝酸（比重1.4）中，移入容量1000毫升容量瓶中，加水稀释至刻度。摇匀，1毫升此溶液含有0.01毫克铜。

标准铁比色液：精确称取0.0604克硫酸高铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于以4毫升硫酸（比重1.84）酸化过的少量水中，移入1000毫升容量瓶中，以水稀释至刻度。1毫升此溶液=0.00001克（0.01毫克） (Fe_2O_3) 。

标准铁比色液：精确称取0.864克硫酸高铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于4毫升硫酸（比重1.84）酸化的水中，移入1000毫升容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀是为溶液（1）。此溶液1毫升=0.0001克Fe。

用移液管吸取10毫升溶液（1）放入100毫升容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，是为溶液（2）

1毫升溶液（2）=0.00001克（0.01毫克）Fe，此溶液只限于制备的当日使用。

标准锰比色液：精确称取0.2749克 MnSO_4 或0.4061克 $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 溶于少量水中加入1毫升硫酸（比重1.84），移入1000毫升的容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。此溶液1毫升=0.1毫克锰。

标准二氧化钛比色液：精确称取二氧化钛 TiO_2 0.25克（准确至0.0002克）置于洁净的250毫升烧杯中，加10克 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 及25毫升浓 H_2SO_4 ，加热并搅拌至有浓白烟逸出，再继续加热5分钟，冷后慢慢加入适量的水至体积为

100 毫升，冷后移入 250 毫升容量瓶中，加水稀释至刻度摇匀。此溶液 1 毫升 = 1 毫克 TiO_2 。

磷酸二氢钾标准溶液：精确称取干燥的无水磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 0.2865 克溶解于水中，移入 1000 毫升容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀备用。此溶液 1 毫升 = 0.2 毫克 PO_4^{3-} 。

2. 一般试剂及溶液的配制方法

(一) 一般规定

(1) 本配制方法所用之水及稀释液在没有注明其他要求时系指蒸馏水或离子交换水。

(2) 本配制方法中所用试剂, 规定为 2 ~ 3 级品 (A, R 分析试剂, 或 C, P 化学试剂)。

(二) 配制方法

(1) 86% 硫酸溶液:

量取硫酸 (H_2SO_4 比重 1.84) 875 毫升, 慢慢地倒入 125 毫升水中, 冷却后转移至 1000 毫升容量瓶中, 调节温度为 $20^\circ C$ 时其比重为 1.787, 最后称取一定重量硫酸溶液, 用标准氢氧化钠溶液滴定之。根据滴定结果, 调节硫酸浓度为 $86 \pm 0.3\%$ (按重量百分率计算)。

硫酸溶液浓度 % (X) 按下式计算

$$X = \frac{V \times N \times 0.049}{G} \times 100$$

式中: V——氢氧化钠标准溶液用量, 毫升。

N——氢氧化钠当量浓度。

G——硫酸重量, 克。

(2) $72 \pm 0.1\%$ 硫酸溶液

量取硫酸 (比重 1.84) 665 毫升慢慢地倒入 340 毫升水中, 冷后移至 1000 毫升容量瓶中, 调节温度为 $20^\circ C$ 时其比重为 1.6338。最后称取一定量的酸液, 加水稀释至 100 毫升, 以

甲基橙作指示剂，用标准氢氧化钠滴定之。根据滴定结果加水调节酸液浓度为 $72 \pm 0.1\%$ （按重量百分率计算）。

硫酸溶液浓度% (X) 按下式计算：

$$X = \frac{V \times N \times 0.049}{G} \times 1000$$

式中：V——氢氧化钠用量，毫升。

N——氢氧化钠当量浓度。

G——硫酸重量，克

0.049——与1毫升1N NaOH相当的 H_2SO_4 量，克。

(3) 25% 硫酸溶液：

量取168毫升硫酸（比重1.84）慢慢倒入830毫升水中，冷后加酸或水调节其温度为 $20^\circ C$ 时其比重为1.178。

(4) 20% 硫酸溶液：

量取129毫升硫酸（比重1.84）慢慢倒入870毫升水中，冷后加酸或水调节温度为 $20^\circ C$ 时其比重为1.139。

(5) 5% 硫酸溶液：

量取29毫升硫酸（比重1.84）慢慢倒入870毫升水中，冷后加酸或水调节温度为 $20^\circ C$ 时其比重为1.032。

(6) 4N 硫酸溶液：

量取硫酸（比重1.84）112毫升倾入预先盛有800毫升水的1000毫升容量瓶中，冷后稀释至刻度。

(7) 12% 盐酸溶液：

量取307毫升盐酸（HCl比重1.19）于水中，并稀释至1000毫升，加酸或水，调节温度为 $20^\circ C$ 时，其比重为1.057。

(8) 2% 盐酸溶液：

量取48毫升盐酸（比重1.19）于水中，并稀释至1000毫

升加酸或水，调节温度为 20°C 时其比重为1.008。

(9) 6N 盐酸溶液:

量取盐酸(比重1.19) 500毫升倾入预先盛有498毫升水的1000毫升容量瓶中，稀释至刻度。

(10) 6N 硝酸溶液:

量取硝酸(HNO_3 比重1.42) 375毫升倾入预先盛有619毫升水的1000毫升容量瓶中，稀释至刻度。

(11) 1N 硝酸溶液:

量取硝酸(比重1.42) 63毫升，倾入预先盛有 930 毫升水的1000毫升的容量瓶中，稀释至刻度。

(12) 比重 1.2 硝酸溶液:

量取 420 毫升硝酸(比重1.42)于水中，并稀释至1000毫升，加酸或水使其在温度为 20°C 时其比重为1.2。

(13) 20%，10% 醋酸溶液:

量取冰醋酸(CH_3COOH) 200 毫升或 100 毫升，加水稀释成1000毫升。

(14) 2.5N 醋酸溶液:

量取150毫升醋酸(比重 1.05)于1000 毫升容量瓶中，加水稀释至刻度。

(15) 2N 醋酸溶液:

量取120毫升醋酸(比重1.05)于盛有870毫升水的1000毫升的容量瓶中，稀释至刻度。

(16) 1N 醋酸溶液:

量取60毫升醋酸(比重1.05)于盛有 930 毫升水的1000毫升的容量瓶中，稀释至刻度。

(17) 1:1 氢氧化钠溶液:

称取固体氢氧化钠(NaOH) 2000g 溶于2000毫升新煮沸不含二氧化碳冷却水中，放置半月以上，以便碳酸盐沉淀用虹吸管吸取上层清液，备用。

(18) 24% 氢氧化钠溶液：

吸取一定量的 1:1 氢氧化钠用新煮沸不含二氧化碳的水稀释至 20°C 时比重为 1.263。(303克/升)

(19) 17.5±0.15% 氢氧化钠溶液：

吸取一定量的 1:1 氢氧化钠，用新煮沸不含二氧化碳的水稀释至 20°C 时比重为 1.192

称取上述备好之碱液于 250 毫升的锥形瓶中，以酚酞作指示剂，用 0.5N 盐酸标准溶液滴定之。调节碱液浓度为 17.5±0.15% (按重量计算)。

其碳酸盐含量不得高于 2 克/升。

氢氧化钠溶液浓度% (X) 按下式计算

$$X = \frac{V \times N \times 0.04}{G} \times 100$$

式中：V——盐酸标准溶液用量，毫升

N——盐酸溶液当量浓度

G——氢氧化钠重量，克。

(20) 12% 氢氧化钠溶液：

吸取一定量的 1:1 氢氧化钠溶液，用不含二氧化碳的水稀释，调节在 20°C 时其比重为 1.131。

称取上述碱液一定量于 250 毫升的锥形瓶中，以酚酞作指示剂，用 0.5N 盐酸标准溶液滴定之，调节碱液浓度为 12±0.1%。

(21) 10% 氢氧化钠溶液：

取出一定量的 1:1 氢氧化钠(NaOH)溶液用除去二氧化碳的水稀释至 20°C 时其比重为 1.109。

(22) 9.5% 氢氧化钠溶液:

取出一定量的 1:1 氢氧化钠溶液用除去二氧化碳的水稀释至 20°C 时其比重为 1.103。

(23) 1% 氢氧化钠溶液:

取一定量的 1:1 氢氧化钠溶液, 用不含二氧化碳的水稀释, 调节在 20°C 时其比重为 1.01。

吸取上述碱液 10 毫升于 250 毫升的锥形瓶中, 以酚酞作指示剂, 用 0.1N 盐酸标准溶液滴定之, 调节碱液浓度为 0.9% ~ 1.1%。

(24) 2N 氢氧化钠溶液:

称取固体氢氧化钠 80g 溶于新煮沸不含二氧化碳冷却水中, 并稀释至 1000 毫升。

(25) 10% 氢氧化铵溶液:

量取 42 毫升浓氨水(比重 0.9)于水中, 稀释至 100 毫升。

(26) 3.5%, 2.5% 氢氧化铵溶液:

量取 15.3 或 11 毫升浓氨水于水中, 稀释至 100 毫升。

(27) 20%, 2% 二氯化钡溶液:

称取氯化钡 ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 20 克或 2 克加水溶解, 并稀释至 100 毫升。

(28) 10% 二氯化钡溶液:

称取氯化钡 10 克加水溶解, 并稀释至 100 毫升。

(29) 0.5N 二氯化钡溶液:

称取氯化钡 6.2 克加水溶解, 并稀释至 100 毫升。

(30) 20% 碘化钾溶液:

称取碘化钾(KI)20克加水溶解并稀释至100毫升。

(31) 10%碘化钾溶液:

称取碘化钾10克,加水溶解并稀释至100毫升。

(32) 1N碘化钾溶液:

称取166克碘化钾溶解于1000毫升容量瓶中,并稀释至刻度。

(33) 50%, 15%硫氰化铵溶液:

称取50克或15克硫氰化铵(NH_4SCN)溶解于水中并稀释至100毫升。

(34) 10%硫氰化铵溶液:

称取10克硫氰化铵溶于水中,并稀释至100毫升。

(35) 5%硫氰化铵溶液:

称取5克硫氰化铵溶于水中,并稀释至100毫升。

(36) 4N硫氰化铵溶液:

称取304克硫氰化铵溶解于1000毫升容量瓶中,并稀释至刻度。

(37) 5%, 0.5%草酸铵溶液:

称取5克或0.5克草酸铵($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于水中,并稀释至100毫升。

(38) 1%草酸铵溶液:

称取1克草酸铵溶于水中,并稀释至100毫升。

(39) 10%碳酸铵溶液

称取10克碳酸铵溶于水中,并稀释至100毫升。

(40) 10%, 25%磺基水杨酸溶液

称取10克、25克磺基水杨酸($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于水中,并稀释至100毫升。

(41) 10% 氯化锡溶液

称取10克氯化锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于约 60°C 的10毫升盐酸中(比重1.19),加水稀释至100毫升。

(42) 10% 硝酸银溶液

称取10克 AgNO_3 溶于水,加水稀释至100毫升。

(43) 5% 硝酸银溶液

称取5克硝酸银溶于水,加水稀释至100毫升。

(44) 2% 硝酸银溶液

称取2克硝酸银溶于水,加水稀释至100毫升。

(45) 1% 硝酸银溶液

称取1克硝酸银溶于水,加水稀释至100毫升。

(46) 10% 硫酸锌或醋酸锌溶液

称取10克硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)或醋酸锌溶于水,加水稀释至100毫升。

(47) 10% 草酸溶液

称取10克草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于少量蒸馏水中,加水稀释至100毫升。

(48) 10% 硝酸铵溶液

称取10克硝酸铵(NH_4NO_3)溶于水,加水稀释至100毫升。

(49) 2% 硝酸铵溶液

称取2克硝酸铵溶于水,加水稀释至100毫升。

(50) 20%, 2% 亚硫酸钠

溶解200克或20克无水 Na_2SO_3 (400克,或40克 $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 晶体)于1000毫升蒸馏水中,此溶液必须在使用前配制,存放时间最多不超过一天。

(51) 10%水杨酸溶液

称取10克水杨酸($\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{H}$)溶于含有4克氢氧化钠的60毫升水中，冷却后稀释至100毫升。

(52) 1%动物胶(或明胶)

称取1克动物胶或明胶溶于100毫升热水中。

(53) 18%, 3%过氧化氢溶液

量取60毫升或10毫升过氧化氢 H_2O_2 于水中稀释至100毫升。以酚酞为指示剂，用0.5N氢氧化钠液中和。

(54) 1%钼酸铵溶液

称取钼酸铵 $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O})$ 10克溶于蒸馏水中，并稀释至1000毫升。

(55) 钼酸铵饱和溶液

钼酸铵溶解于水中，用玻璃棒搅拌使之溶解，继续加入使之达饱和为止。

(56) 5%硫酸高铁溶液

溶解50克无水硫酸高铁($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$)于300毫升水中，徐徐加入113毫升硫酸(比重1.84)。冷后，加水稀释至1000毫升。此溶液不得含有硫酸亚铁，为此，可滴入0.1N KMnO_4 溶液于已配好的溶液中，滴至恰现微红色使用。

(57) 弗林溶液 I

称取62.5克(测纸浆铜价用)或69.4克(测水介液还原糖用)硫酸铜($\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水中加水稀释至1000毫升。

(58) 弗林溶液 II

溶解346克酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 4\text{H}_2\text{O}$)于600毫升水中，加入150克氢氧化钠(测纸浆铜价用)。或称取350

克酒石酸钾钠于600毫升水中，加入100克氢氧化钠（测水解液还原糖）搅拌至全溶解，冷却后移至1000毫升容量瓶中，并稀释至刻度，若溶液混浊，应过滤后用。

(59) 溴酸钠—溴化钠混合溶液

称取溴酸钠(NaBrO_3)2.5克及13.9克溴化钠(NaBr)（或称取2.8克溴酸钾及11.9克溴化钾）。溶于1000毫升的容量瓶中，并稀释至刻度。

(60) 醋酸苯胺溶液

量取1毫升新蒸馏的苯胺($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$)于小烧杯中，加入9毫升冰醋酸搅拌均匀。

(61) 中性酒精

在95%的酒精($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)中加入2~3滴酚酞指示剂，以0.1N氢氧化钠溶液中和至淡红色。久置后酒精又氧化而呈酸性，再中和之。

(62) 7.5%硫酸汞混合溶液

溶解37.5克硫酸汞(HgSO_4)于200毫升浓 HNO_3 及100毫升水中，加入100毫升85% H_3PO_4 及0.0175克 AgNO_3 。搅和至全溶后，加水稀释至成500毫升。

(63) 7%氯化高汞饱和溶液

称取7克氯化汞(HgCl_2)溶于100毫升热水中，冷却澄清后使用。

(64) 盐酸—乙醇溶液

量取1000毫升乙醇(95%)，加入11毫升的盐酸（比重1.19）搅和均匀。

(65) 1M 氯化钙溶液

称取110克无水氯化钙(CaCl_2)溶于水中，再加水稀释

至1000毫升

(66) 24% 氯化钠—盐酸溶液

溶解240克氯化钠(NaCl)及2毫升盐酸(比重1.19)于水中加水稀释至1000毫升。

(67) 1% 四硼酸钠溶液

称取10克($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)溶解于蒸馏水中,加水稀释至1000毫升。

(68) 48% 硫酸锰溶液(水中溶解氧测定)

称取240克硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)溶于100毫升水中,过滤后稀释为500毫升。此溶液亦可用210克干燥的氯化锰($\text{MnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)配制。

(69) 碱性碘化钾溶液

称取75克碘化钾或67.5克碘化钠溶于100毫升蒸馏水中,称取250克 NaOH 溶解于150~200毫升水中将此二溶液混合、稀释至500毫升,放置24小时后,取出上层清液待用。

(70) 硫酸锰混酸溶液(黑液中耗氧量测定)

溶解67克 $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 在50毫升水中加138毫升85% H_3PO_4 和130毫升98% H_2SO_4 冷后稀释至1000毫升。

(71) 柠檬酸铵($(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$)溶液1:1

称取结晶柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})(\text{CO}_2\text{H})_3$)500克,溶解于500毫升氨水中,继续加氨水至溶液呈中性反应(用石蕊试纸检验),然后再稀释至1000毫升,混匀、过滤。或称取500克柠檬酸铵,于500毫升水中加热溶解;混匀,过滤。

(72) 镁铵混合剂

称取氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)55克及氯化铵(NH_4Cl)70克溶解于400~500毫升水中,加入250毫升10%氨水,并用

水稀释至1000毫升，混匀，过滤。

(73) 氟化钾溶液

称取500克氟化钾($\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于约200毫升煮沸无 CO_2 的水中，待溶解后，以无 CO_2 水稀释至700毫升，加1%酚酞指示剂2毫升，视溶液的颜色滴加氢氧化钾饱和溶液或硫酸(比重1.84)溶液，至现微红色、滤去不溶物，不必洗涤，贮于内壁涂蜡的玻璃瓶或塑料瓶中。

(74) 硫酸-磷酸混合液：

将比重1.84硫酸100毫升徐徐注入300毫升水中至稍冷后再加入40毫升磷酸。

(75) 4M醋酸钠溶液：

溶解540克醋酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)于蒸馏水中，再稀释为1000毫升。

(76) 2%盐酸羟胺溶液

溶解2克盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)于100毫升蒸馏水中。

(77) 1%邻菲罗林盐酸溶液：

溶解1克邻菲罗林盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)于100毫升蒸馏水中。

(78) 5%乙二胺四乙酸二钠溶液：

称取50克乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于蒸馏水中，再用水稀释成1000毫升，此液贮于聚乙烯制试剂瓶中。

(79) 1%二乙基二硫氨基甲酸钠溶液：

称取0.1克二乙基二硫氨基甲酸钠($(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N} \cdot \text{CSSNa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)于100毫升蒸馏水中。将此溶液贮存于棕色试剂瓶中。

(80) 硝酸氧铀试剂

称40克硝酸氧铀 ($\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 溶于800毫升蒸馏水中, 再加水至1000毫升。

(81) 醋酸—醋酸钠缓冲液

称取醋酸钠48.6克溶于蒸馏水中, 然后加入20%醋酸12毫升, 再以蒸馏水将溶液稀释至500毫升。

(82) 醋酸—醋酸铵缓冲液 $\text{pH} \approx 4.5$

称取醋酸铵 ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 77克溶于500毫升水中, 加入58.9毫升冰醋酸, 将此液稀释至1000毫升, 摇匀。

(83) 醋酸—醋酸铵缓冲液 $\text{PH} = 6$

称取60克固体醋酸铵, 加入2毫升冰醋酸, 用水稀释至1000毫升。

(84) 氨—氯化铵缓冲溶液 $\text{pH} = 10$

称取20克氯化铵溶解于少量水中, 加入100毫升 (比重0.9) 浓氨水, 然后移至1000毫升容量瓶中, 加水稀释至刻度。

(85) 亚硝酸钴钠试剂 $\text{Na}_2(\text{Co}(\text{NO}_2)_6)$

将亚硝酸钴 ($\text{Co}(\text{NO}_2)_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 溶液 (60克配成100毫升溶液) 和亚硝酸钠 (NaNO_2) 溶液 (60克配成180毫升溶液) 顺序渗入一烧杯中, 加入37%醋酸60毫升, 放置过夜, 贮存于带磨口玻璃塞的棕色瓶内, 置于黑暗处, 用时过滤。

(86) 6.5克/升亚硫酸溶液 (约 0.16N)

将 SO_2 气体通入1立升蒸馏水中。取一定量此溶液, 用 0.1N I_2 溶液标定之。调节其浓度与氯水的浓度相近似, 即大约 0.16N (H_2SO_3 6.5克/升)。或用市售 H_2SO_3 (分析纯) 水溶液, 配制为大约 0.16N 亦可。

(87) 氯水: 6 ± 0.5 克/升

用一玻璃气体分布器, 将氯气缓缓通入2立升蒸馏水

中，标定溶液的含氯量系取一定量的溶液，加入过量的 KI 后，用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定之。调节溶液浓度至含氯量为 6 ± 0.5 克/升、即大约 0.16N。使用的氯水必须当天制备。

(88) 氯气 99.8%

99.8% 或用比重为 1.19 的盐酸滴加于高锰酸钾中，使所发生之氯气先通过盛有比重为 1.84 的硫酸的洗气瓶干燥后，再通入配制韦氏溶液的碘溶液中。

(89) 韦氏溶液：

取 13 克碘溶于 1000 毫升冰醋酸中（溶解时可略加热），置于 1000 毫升棕色瓶中，冷却后，倒出 100~200 毫升置于另一棕色瓶中，置阴暗处供调整韦氏溶液之用。于剩余的 800~900 毫升溶液内通入氯气、溶液由深色渐渐变淡直到桔红色透明为止（氯气通入量应使滴定所耗用硫代硫酸钠标准溶液量接近未通氯气前所用硫代硫酸钠标准溶液量的二倍，但通入的氯气也可适当过量）。然后将预先留存之碘液加入调整。校正方法：取碘溶液及新配制韦氏溶液各 25 毫升，加入 15% 碘化钾溶液各 20 毫升，再各加蒸馏水 100 毫升，用 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈淡黄色时，加 1 毫升淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失为止。新配就之韦氏溶液所消耗之 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液毫升数应将近一倍于碘溶液。

(90) 饱和石碳酸溶液

溶解 30 克石碳酸 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) 于 300 毫升蒸馏水中，贮存于具玻塞的玻璃瓶中。

(91) 0.5N 碳酸钠溶液：

称取 26.5 克碳酸钠 (Na_2CO_3) 于水中，再加水稀释至 1000 毫升，摇匀备用。

(92) 0.5N 氯化锌溶液

称取34克氯化锌 ($ZnCl_2$) 溶于水稀释至1000 毫升。

(93) 铜氨溶液:

铜氨溶液组成:

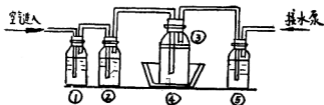
铜 $1.3 \pm 0.02\%$ (容量百分率)

氨 $15 \pm 0.2\%$ (容量百分率)

蔗糖 0.2% (容量百分率)

氢氧化钠 0.7% (容量百分率)

(1) 配制时所用的装置如下图



(1)——气体洗涤瓶内盛40% NaOH 溶液

(2)——气体洗涤瓶, 内盛25—27%的氨水

(3)——铜铵溶液制备瓶, 内盛为整个容积2/3的用稀硝酸净化做成螺旋形铜丝及0.2%蔗糖的浓氨水(25~27%)

(4)——冷却槽、内盛水及碎冰

(5)——气体洗涤瓶、内盛蒸馏水。

全部装置完毕后, 将瓶(5)与水泵连接, 使空气通入制备溶液瓶内以使铜能溶解于氨水中。一般继续不断通入空气约2~3小时, 铜的浓度即可符合上述要求。将瓶(3)取出, 摇匀后进行铜的测定。如铜含量已够, 可利用虹吸管将制备好的铜铵溶液移入另一棕色瓶中, 摇匀后再进行铜及铵的测

定。根据测定结果，加入适量的蒸馏水及氨水以制成符合规定浓度的铜铵溶液。

(2) 标定：

(a) 铜含量的测定：准确吸取铜铵溶液 5 毫升于 250 毫升磨口玻璃锥形瓶中，加入数滴甲基红指示剂，滴入 5% 硫酸溶液至呈中性后，再多加 15 毫升。

将锥形瓶置电炉上加热，煮沸 5 分钟以逐去氮的氧化物。冷却后加入 20 毫升 10% 碘化钾溶液，塞紧瓶塞，放置 2~3 分钟，用 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液滴至快达终点时，加入淀粉指示剂，继续滴定至蓝色恰好退灭。

(b) 计算

铜%(X)按下式计算

$$X = \frac{V \times N \times 0.06354}{5} \times 100$$

式中：

V——滴定时耗硫代硫酸钠溶液体积，毫升。

N——硫代硫酸钠溶液当量浓度

0.06354——与 1 毫升 1N 硫代硫酸钠相当的铜量，克。

同时进行两份平行测定，取其算术平均值计算至 0.01%，平行测定值间误差不超过 0.02%。

(c) 氮含量的测定：

准确吸取铜铵溶液 5 毫升，注入予先盛有 50 毫升 1N 硫酸溶液的锥形瓶中。当溶液注入时，吸管尖端稍插入液面下，待留完后，吸管尖端靠紧瓶壁 1 分钟。加入 2~3 滴甲基红指示剂，用 1N 氢氧化钠标准溶液滴至恰现黄色。

(d) 计算

氨%(Y)按下式计算

$$Y = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2 - 1.573 \times X) \times 0.017}{5} \times 100$$

式中:

V_1 ——中和氨加入1N硫酸体积, 毫升

N_1 ——硫酸溶液当量浓度

V_2 ——滴定过量硫酸所耗的氢氧化钠体积, 毫升

N_2 ——氢氧化钠当量浓度

X ——溶液中含铜量容量%

1.573——铜的百分数换算成1N溶液的毫升的系数

0.017——与1毫升1N硫酸溶液相当氨重量, 克。

同时进行两份平行测定, 取其算术平均值计算至0.01%
平行测定值间误差不应超过0.2%

注: 1.573 系由 $\frac{5 \times \frac{X}{100}}{1 \times 0.03178}$ 计算而得, 其中 0.03178

为铜的毫克当量。

在调整铜氨溶液前, 应使原始溶液中含有较高的铜量, 否则在配制时其量会因稀释而减少。因此, 如要求配制含有 1.3% 铜 (X) 和 15% 氨 (Y) 的铜氨溶液, 则原始溶液中铜含量应高于以 1.3:15, 亦即 $\frac{15X}{1.3} > Y$ 或 $11.54X > Y$ 。如分析结果, 铜氨比例为 $11.54X < Y$ 则必须继续通入空气, 以增加铜的浓度。当铜含量已足够时可按下式计算

(a) 需加入的浓氨水量:

$$V\text{NH}_3 = (11.54X - Y) \frac{V}{A}$$

式中：

X——原始溶液中铜百分率

Y——原始溶液中氨百分率

A——浓氨水中氨的百分含量

V——原始溶液总体积、毫升。

(b) 需配制铜氨液的总体积 ($V_{\text{总}}$) 毫升。

$$V_{\text{总}} = \frac{X}{1.3} V$$

(c) 需加入的蒸馏水 ($V\text{H}_2\text{O}$) 毫升。

$$V\text{H}_2\text{O} = V_{\text{总}} - (V\text{NH}_3 + V)$$

(d) 需加入固体氢氧化钠量克 = $\frac{0.7 \times V_{\text{总}}}{100}$

(e) 需补充蔗糖量克。 = $\frac{0.2 \times V_{\text{总}}}{100} - \frac{0.2 \times V}{100}$

(例) 今有原始溶液3750毫升，其中含有 $X = 1.98\%$ 铜， $Y = 16.84\%$ 氨的铜氨溶液。经分析后， $11.54 \times 1.987 > 16.84$ 说明含铜量已足够。其计算如下：

(a) 需补充25.6%浓氨水，毫升 (X_1)

$$X_1 = (11.54 \times 1.98 - 16.84) \frac{3750}{25.6} = 880 \text{ 毫升}$$

(b) 需配制铜氨溶液总体积毫升 (X_2)

$$X_2 = \frac{1.98 \times 3750}{1.3} = 5710 \text{ 毫升}$$

(c) 需加入的水、毫升 (X_3)

$$X_3 = 5710 - (880 + 3750) = 1080 \text{ 毫升}$$

(d) 需加入固体氢氧化钠克(X_4)

$$X_4 = \frac{0.7 \times 5710}{100} = 39.97 \text{ 克}$$

(e) 需补充蔗糖量克(X_5)

$$X_5 = \frac{0.2 \times 5710}{100} - \frac{0.2 \times 3750}{100} = 3.92 \text{ 克}$$

30% 三乙醇胺

量取30毫升三乙醇胺($N(C_2H_4OH)_3$)用水稀释至100毫升

0.01N 氯化钾溶液

称取0.7455克重结晶的氯化钾(KCl)于水中用容量瓶稀释至1000毫升。

20% 磷酸氢二铵溶液:

称取20克磷酸氢二铵($(NH_4)_2HPO_4$)溶解于100毫升水中。

2% 氯化铵溶液

称取20克氯化铵溶解于水中,再加水稀释至1000毫升。

20%, 50% 中性酒石酸钾钠溶液:

称取 $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$ 20克, 50克溶于水并稀释至100毫升, 加3滴酚酞, 用稀盐酸滴至溶液红色刚消失。

0.5% 苦味酸溶液:

称取0.25克苦味酸($C_6H_2(NO_2)_3OH$), 溶解于50毫升蒸馏水中。苦味酸系高级爆炸品, 应与易燃物隔离, 配制时不可研磨、贮存在不易振动地方。

92. 希氏试剂:

称取3克钼酸铵溶于250毫升水中，加25毫升1:3硝酸。

93. 米氏试剂:

称取20克汞(Hg)加40毫升浓硝酸，稀释成200毫升。

94. 赫兹波格染剂: (氯化锌碘染剂) 配制

由两种溶液混合配制成: (1) 将20克无水氯化锌溶解于10毫升蒸馏水中。(2) 称2.1克碘化钾及0.1克碘溶解于5毫升蒸馏水中。当溶液冷却后，将溶液(2)逐滴加入溶液(1)中，时时搅动，使混合均匀，然后将形成之暗褐色混浊液移入干燥带有磨口塞的玻璃瓶中，并在溶液的表面上浮放1—2粒碘片，置于暗处。使之完全澄清。可用离心机加速溶液澄清，最后将澄清溶液倾入带有磨口塞的棕色玻璃瓶中，保存于暗处备用。

95. 格拉夫“C”染剂配制:

由四种溶液混合而成。(1) 标准碘液——称取干燥的碘化钾0.9克和碘0.65克于50毫升蒸馏水中。(即把干燥的碘化钾和碘放入烧杯中压碎混合，然后逐滴加入蒸馏水，再压碎混合，直至碘完全溶解于饱和碘化物液中，再加其余的水)。

(2) 氯化铝溶液在28°C时，比重1.15——称取氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 40克于100毫升蒸馏水中。

(3) 氯化钙溶液在28°C时，比重1.36——称取氯化钙100克于150毫升蒸馏水中。

(4) 氯化锌溶液在28°C时比重为1.8——称取氯化锌50克于25毫升蒸馏水中。(放在封口瓶内的棒状物)。将溶液(3) 10毫升，溶液(4) 10毫升加入溶液(2) 20毫升中，使完全混合均匀再加入溶液(1) 12.5毫升。充分混合，倾入高而口窄的瓶内、置于暗处，约12~36小时，当沉淀下沉、

吸出上层清液放入棕色有玻塞的滴瓶中，再加碘片1片，置暗处备用。

注：所有上述溶液比重必须十分准确，量取溶液应用吸管。

96. 舍律格尔染剂配制：（两种方法）

1. 溶解硝酸钙100克于50毫升蒸馏水中，加碘化钾溶液3毫升（称8克碘化钾于90毫升蒸馏水中而成）再加碘1克，放置1星期备用。

2. 溶解0.287克碘化钾于50毫升蒸馏水中，加碘1克放置两星期，每日摇动之，然后称100克硝酸钙于此溶液中，此染剂即可应用。

如果呈现的颜色不正确，多加入硝酸钙，则现色较蓝，多加入少许碘化钾则现色较红。溶液中应经常有一小片碘片，以保持需要的浓度。

97. 苯醇混合液：

量取33份化学纯乙醇及67份化学纯苯，混匀。

98. 齐墨曼—恩哈特溶液：

将78克硫酸亚锰 ($MnSO_4 \cdot 4H_2O$) 溶于500~600毫升水中，加130毫升磷酸（比重1.7）和130毫升硫酸（比重1.84）用水稀释到1000毫升。

99. 醋酸氧铀锌溶液：

（1）醋酸溶液，取150毫升冰醋酸用水稀释至500毫升。

（2）醋酸氧铀溶液：溶解10克醋酸氧铀 ($UO_2(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$) 于20毫升醋酸溶液（1）内，加入50毫升水，并加热使溶解。

（3）醋酸锌溶液：溶解30克醋酸锌 ($Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot$

3H₂O)于10毫升醋酸溶液(1)内,加入50毫升水,并加热使溶解。

取20毫升醋酸氧铈溶液及20毫升醋酸锌溶液混合均匀,若无沉淀发生,加入半小米粒大小的氯化钠晶体1颗,使产生沉淀。静置24小时后过滤,储于硬质试剂瓶内备用。

100. 萨氏试剂:

溶解30克酒石酸钾钠及30克无水碳酸钠于约200毫升热水中,加入40毫升1N氢氧化钠溶液。在不断搅和下加入80毫升10%硫酸铜溶液,煮沸,以除去溶液中的空气。在另一烧杯中溶解290克结晶硫酸钠(Na₂SO₄·10H₂O)或128克无水硫酸钠于约300毫升水中、煮沸,然后将其加入含有硫酸铜的溶液中。冷后,移入容量1000毫升量瓶中。加入碘化钾溶液(8克碘化钾溶于少量水中),摇匀后,再加入10毫升1N碘酸钾溶液。最后加水稀释至刻度,摇匀,如溶液现混浊,应用玻璃滤器过滤后备用。

101. 氧化锌氧化剂:

溶解10克氧化锌于100毫升浓HNO₃中(比重1.41—1.42)。并用溴饱和之。

102. 0.5N三氯化铁溶液:

称取三氯化铁45克溶解于少量水中加入5毫升盐酸(比重1.19)防止水解,再稀释至1000毫升。

103. 5%硫酸锰溶液:

称取5克硫酸锰溶解于100毫升水中。

3. 指示剂的配制

(一) 一般规定

(1) 本配制方法中所用蒸馏水应不含二氧化碳，所用乙醇应呈中性。

(2) 本配制方法中所用试剂纯度应在二级试剂以上。

(二) 配制方法

0.1% 甲基橙指示剂

称取0.1克甲基橙溶解于水中，稀释至100毫升。此溶液在酸性溶液中呈红色，在碱性溶液中呈黄色。变色范围为pH 红3~4.4 橙黄色。

0.1% 甲基红指示剂

称取0.1克甲基红溶解于95%乙醇中，再加乙醇稀释至100毫升。此溶液在酸性溶液中呈红色。在碱性溶液中呈黄色。变色范围为pH红4.4~6.2黄色。

1% 酚酞指示剂

称取1克酚酞溶解于50%乙醇溶液中，再用此乙醇稀释至100毫升。此溶液在酸性溶液中呈无色。在碱性溶液中呈红色。变色范围为pH无色8.2~10红色。

0.04% 酚红指示剂

称取0.1克酚红溶解于5.7毫升0.05N氢氧化钠溶液中加水稀释至250毫升。此溶液在酸性中呈黄色，在碱性中呈红

色。变色范围为 pH 黄色 6.8~8.4 红色。

0.1%，1%，百里香酚酞：（麝香草酚酞）指示剂

称取 0.1 克或 1 克百里香酚酞溶解于 90% 乙醇中，并稀释至 100 毫升，此溶液在酸性中呈无色，在碱性中呈蓝色。其变色范围为 pH 无色 9.3~10.5 蓝色。

0.75% 碱蓝 6B 溶液：

称取 0.75 克碱蓝 6B 溶解于 100 毫升无水乙醇中，在热水浴中回流 1 小时，过滤，将热的澄清滤液用 0.05N 氢氧化钾乙醇溶液或 0.05N 盐酸溶液中和之，直至加入 1~2 滴 0.05N 氢氧化钾乙醇溶液从蓝色变成浅红色为止。但这溶液冷却后仍恢复为蓝色。

5%、10% 铬酸钾指示剂：

称取 5 克或 10 克铬酸钾溶解于 100 毫升水中，加硝酸银使成微红色沉淀放置 1—2 日过滤。

0.5% 铬黑 T 指示剂

称取 0.5 克铬黑 T 溶解于 10 毫升氨-氯化铵缓冲溶液中，用乙醇稀释至 100 毫升。

1% 二苯胺指示剂

称取 0.5 克二苯胺溶解于 50 毫升水中，用玻棒搅拌使其溶解。

0.25%，0.5% 淀粉指示剂

称取 0.25 克或 0.5 克可溶性淀粉于 10 毫升水中，搅拌下注进 100 毫升正沸腾的水中，再煮沸 2 分钟。

淀粉—碘化钾指示剂

于 100 毫升新配制的淀粉溶液中，冷却后加入 0.2 克碘化钾，搅拌使其溶解。

碘化钾淀粉试纸

将滤纸条浸透在淀粉碘化钾溶液中，然后取出在暗处晾干。保存于密闭的棕色瓶中备用。

刚果红试纸（红色）

溶解3克刚果红于400毫升水中，以此溶液将滤纸浸透晾干。

遇酸变蓝，遇碱则又变红，由蓝变红的变色范围是 $\text{pH} = 6$ 。

1%二苯基偶氮碳酰肼指示剂

溶解0.25克二苯基偶氮碳酰肼于25毫升乙醇（95%）中，贮存于棕色试剂瓶中。此溶液应每周配制一次。

0.2%孔雀绿指示剂

称取0.2克孔雀绿于100毫升水中。

0.2%亚硝基红盐指示剂

称取0.2克亚硝基红盐溶于100毫升水中。

甲基红—亚甲基蓝混合指示剂

称取0.12克甲基红和0.08克亚甲基蓝溶于100毫升乙醇中。

1%钙指示剂

称取0.1克钙指示剂与10克氯化钾或硫酸钾研细混匀，用棕色瓶贮存。

0.1%橙素Ⅳ指示剂：（橙黄Ⅳ）

称取0.1克橙素Ⅳ溶于100毫升水中，过滤使用。

2%，5%固体紫尿酸铵指示剂：

称取10克干燥之氯化钠与0.2克紫尿酸铵，先以部分氯化钠与紫尿酸铵在玛瑙乳钵内研细混合后再加入剩余之磨细的

氯化钠，混匀后，盛入褐色小玻璃瓶内备用。

称取1克紫尿酸铵与20克固体的氯化钠或氯化钾混合研细，保存于干燥器中。（用于水中钙离子测定）

2% 铬蓝黑指示剂

称取10克干燥之氯化钠 0.2 克铬蓝黑，配制方法同 2 % 紫尿酸铵指示剂。

1% 钛黄指示剂：（间硫氮茂黄）

将1克间硫氮茂黄溶于100毫升水中。

铁铵矾饱和溶液

取铁铵矾($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$)溶解于水，冷却使成饱和（约含40%）溶液，若呈棕色，逐滴加入6N HNO_3 使颜色消失为止。

0.1% 番红：（N-苯（基）二氮杂蒽染料）

称取0.1克番红溶于100毫升水中，用棕色滴瓶贮存。

0.1% 茜素蓝（染料）溶液

称取0.1克茜素蓝，溶于100毫升水中，用棕色瓶贮存。

醋酸铅试纸

将滤纸浸于3%醋酸铅溶液中，取出后在无硫化氢的房中晾干。

0.5% 二苯胺磺酸钠指示剂

将二苯胺磺酸钠0.5克溶于100毫升水中（必要时过滤备用）。

酸性铬蓝K—萘酚绿B混合指示剂：

将以上两种指示剂以1:2均匀混合使用。为使终点变化明显，易于观察，在使用前，应先以含镁离子之溶液测定钙、镁含量步骤进行试验。加入指示剂后，溶液应呈明显之

紫红色，以乙二胺四乙酸二钠滴定到终点应为钢蓝色。如加入指示剂后紫色不明显，或滴定到终点时尚有微紫色不褪，则应适当增减两试剂之配比，直到合乎要求为止（前者应增加酸性铬蓝 K，后者应增加萘酚绿 B）。在混匀时，应在干燥情况下采用研钵将所有细粒全部研碎，否则对滴定终点有影响。

0.1% 钙黄绿素指示剂

称0.1克钙黄绿素，溶于100毫升水中，贮于棕色玻璃瓶中。此指示剂不稳定，不宜多配。

0.5% 酸性铬蓝 K

称取0.5克酸性铬蓝 K，溶于10毫升氨—氯化铵缓冲溶液中，然后用95%酒精稀释至100毫升，应装于暗色玻璃瓶中，可用2~3周。

指示剂pH变色域测定法

(GB 604-65)

本标准适用于有机指示剂pH变色域的测定。

一、一般规定

1. 本标准中所用水为不含二氧化碳的蒸馏水，所用乙醇应呈中性。

2. 本标准所用试剂纯度应在分析纯以上。

3. 氯化钠、氯化钾在 120°C 下干燥后使用。硼酸在 80°C 以下干燥后使用。邻苯二甲酸氢钾、磷酸二氢钾在 $110\sim 120^{\circ}\text{C}$ 下干燥后使用。氨基乙酸在 110°C 下干燥后使用。

二、缓冲溶液的制备

1. 基本溶液

(1) 0.2M邻苯二甲酸氢钾溶液：称取 20.423 克邻苯二甲酸氢钾，溶于水中，准确稀释至500毫升。

(2) 0.1000N 氢氧化钠

(3) 0.1M氨基乙酸与0.1M氯化钠混合液：称取3.753克氨基乙酸和2.922克氯化钠，溶于水中，准确稀释至500毫升。

(4) 0.1000N 盐酸

(5) 0.2M硼酸与0.2M氯化钾混合液。称取6.183克硼酸和7.455克氯化钾，溶于水中，准确稀释至500毫升。

(6) 0.2M氯化钾溶液：称取7.455克氯化钾，溶于水中，准确稀释至500毫升。

(7) 0.2M磷酸二氢钾溶液：称取13.609克磷酸二氢钾，溶于水中，准确稀释至500毫升。

2. 缓冲溶液：

(1) 盐酸-氯化钾缓冲溶液：将下列各组溶液（表1）混合后，准确稀释至100毫升。

表 1

pH	0.1N盐酸, 毫升	0.2M氯化钾, 毫升
1.1	94.56	2.70
1.2	75.10	12.45
1.3	59.68	20.15
1.4	47.40	26.30
1.5	37.64	31.20
1.6	29.50	35.00
1.7	23.76	38.10
1.8	18.86	40.60
1.9	14.98	42.50
2.0	11.90	44.05
2.1	9.46	45.30
2.2	7.52	46.25

(2) 邻苯二甲酸氢钾-盐酸缓冲溶液：将下列各组溶液（表2）混合后，准确稀释至100毫升。

表 2

pH	0.1N 盐酸, 毫升	0.2M 邻苯二甲酸氢钾, 毫升
2.2	46.60	25.00
2.4	37.60	25.00
2.6	33.00	25.00
2.8	26.50	25.00
3.0	20.40	25.00
3.2	14.80	25.00
3.4	9.95	25.00
3.6	6.00	25.00
3.8	2.65	25.00

(3) 邻苯二甲酸氢钾-氢氧化钠缓冲溶液: 将下列各组溶液 (表 3) 混合后, 准确稀释至 100 毫升。

表 3

pH	0.1N 氢氧化钠, 毫升	0.2M 邻苯二甲酸氢钾, 毫升
4.0	0.40	25.00
4.2	3.65	25.00
4.4	7.35	25.00
4.6	12.00	25.00
4.8	17.50	25.00
5.0	23.65	25.00
5.2	29.75	25.00
5.4	35.25	25.00
5.6	39.70	25.00
5.8	43.10	25.00
6.0	45.40	25.00
6.2	47.00	25.00

(4) 磷酸二氢钾-氢氧化钠缓冲溶液：将下列各组溶液（表4）混合后，准确稀释至100毫升。

表4

pH	0.1N氢氧化钠, 毫升	0.2M磷酸二氢钾, 毫升
5.8	3.66	25.00
6.0	5.64	25.00
6.2	8.55	25.00
6.4	12.60	25.00
6.6	17.74	25.00
6.8	23.60	25.00
7.0	29.54	25.00
7.2	34.90	25.00
7.4	39.34	25.00
7.6	42.74	25.00
7.8	45.17	25.00
8.0	46.85	25.00

(5) 硼酸-氯化钾-氢氧化钠缓冲溶液：将下列各组溶液（表5）混合后，准确稀释至100毫升。

表5

pH	0.1N氢氧化钠, 毫升	0.2M硼酸-氯化钾, 毫升
7.8	2.65	25.00
8.0	4.00	25.00
8.2	5.90	25.00
8.4	8.55	25.00
8.6	12.00	25.00

8.8	16.40	25.00
9.0	21.40	25.00
9.2	26.70	25.00
9.4	32.00	25.00
9.6	36.85	25.00
9.8	40.80	25.00
10.0	43.90	25.00

(6) 氨基乙酸-氯化钠-氢氧化钠缓冲溶液：按下列各组溶液（表6）混合后，摇匀。

表6

pH	0.1N 氢氧化钠, 毫升	0.1M 氨基乙酸-氯 化钠, 毫升
10.0	37.50	62.50
10.2	41.00	59.00
10.4	44.00	56.00
10.6	46.00	54.00
10.8	47.50	52.50
11.0	48.80	51.20
11.2	49.80	50.20
11.4	50.20	49.80
11.6	51.00	49.00
11.8	52.10	47.90
12.0	54.00	46.00
12.2	56.00	44.00
12.4	60.30	39.70
12.6	67.50	32.50
12.8	77.50	22.50
13.0	92.50	7.50

三、指示剂溶液制备

表 7

指示剂名称	配 制 方 法
甲基紫	0.25克溶于 100 毫升水
间甲酚紫	0.10克溶于13.6毫升0.02N氢氧化钠中，用水稀释至 250 毫升
对-二甲苯酚蓝	0.10克溶于 250 毫升乙醇
百里香酚蓝（麝香草酚蓝）	0.10克溶于 10.75 毫升0.02N氢氧化钠中，用水稀释至 250 毫升
二苯胺橙	0.10克溶于 100 毫升水
苯紫4B	0.10克溶于 100 毫升水
茜素黄 R	0.10克溶于 100 毫升温水
2,6-二硝基酚(β)	0.10克溶于几毫升乙醇中，再用水稀释至 100 毫升
2,4-二硝基酚(α)	0.10克溶于几毫升乙醇中，再用水稀释至 100 毫升
对二甲氨基偶氮苯	0.10克溶于 200 毫升乙醇
溴酚蓝	0.10克溶于7.45毫升0.02N氢氧化钠中，用水稀释至 250 毫升
刚果红	0.10克溶于 100 毫升水
甲基橙	0.10克溶于 100 毫升水

续表 7

指示剂名称	配 制 方 法
溴氯酚蓝	0.10克溶于 8.6 毫升0.02N 氢氧化钠中, 用水稀释至 250 毫升
茜素磺酸钠	1.0 克溶于 100 毫升水
2,5-二硝基酚(<i>I</i>)	0.10克溶于20毫升乙醇中, 用水稀释至 100 毫升
溴甲酚绿	0.10克溶于7.15毫升0.02N 氢氧化钠中, 用水稀释至 250 毫升
甲基红	0.10克溶于 18.60 毫升0.02N 氢氧化钠中, 用水稀释至 250 毫升
氯酚红	0.10克溶于11.8毫升0.02N 氢氧化钠中, 用水稀释至 250 毫升
对硝基酚	0.25克溶于 100 毫升水
溴甲酚紫	0.10克溶于9.25毫升0.02N 氢氧化钠中, 用水稀释至 250 毫升
溴酚红	0.10克溶于9.75毫升0.02N 氢氧化钠中, 用水稀释至 250 毫升
溴百里香酚蓝 (溴麝香草酚蓝)	0.1 克溶于 8.0 毫升0.02N 氢氧化钠中, 用水稀释至 250 毫升
姜 黄	饱和水溶液

续表7

指示剂名称	配制方法
酚 红	0.10克溶于14.20毫升0.02N氢氧化钠中，用水稀释至250毫升
中性红	0.10克溶于70毫升乙醇中，用水稀释至100毫升
树脂质酸	1.0克溶于100毫升乙醇50%
喹啉蓝	1.0克溶于100毫升乙醇
甲酚红	0.10克溶于13.1毫升0.02N氢氧化钠中，用水稀释至250毫升
1-萘酚酞	0.10克溶于100毫升50%乙醇
间甲酚紫	0.10克溶于13.1毫升0.02N氢氧化钠中，用水稀释至250毫升
酚 酞	1.0克溶于60毫升乙醇中，用水稀释至100毫升
邻甲酚酞	0.10克溶于250毫升乙醇
1-萘酚苯	1.0克溶于100毫升乙醇
百里香酚酞 (麝香草酚酞)	0.10克溶于100毫升乙醇
茜素黄GG	0.10克溶于100毫升50%乙醇

续表 7

指示剂名称	配制方法
泡依蓝C4B	0.20克溶于100毫升水
桔黄 I	0.10克溶于100毫升水
硝 胺	0.10克溶于100毫升70%乙醇
1,3,5-三硝基苯	0.10克溶于100毫升乙醇
靛蓝二磺酸钠(靛红)	0.25克溶于100毫升50%乙醇

注：①凡加0.02N氢氧化钠时，应先将指定量的指示剂和氢氧化钠溶液于玛瑙研钵中研磨至溶解，然后稀释至指定的体积。

②间甲酚紫pH变色范围在0.5~2.5时，其配制方法为：0.10克间甲酚紫溶于13.6毫升0.02N氢氧化钠中，用水稀释至250毫升，变色范围在7.4~9.0时，其配制方法为：0.10克间甲酚紫溶于13.1毫升0.02N氢氧化钠中，用水稀释至250毫升。

四、测定方法

检验指示剂每个变色点时，采用三个缓冲溶液，其中一个缓冲溶液的pH值等于该变色点的pH值，另一个较变色点pH值低0.2pH单位，第三个较变色点的pH值高0.2pH单位。每种溶液取10毫升，分别放于内径为1.5厘米，高为15厘米的比色管中，精确地加入0.1~0.5毫升待检验的指示剂溶液。混匀，进行比色。

三个缓冲溶液的显色情况应符合下列规定：

1. 在变色域的低pH值变色点的测定中，等于变色点pH值的缓冲溶液与低于变色点pH值0.2pH单位的缓冲溶液

显色应相同，且符合规格中所规定的颜色。高于变色点 pH 值 0.2pH 单位的缓冲溶液与以上两溶液颜色不同，且趋向于该指示剂高 pH 值变色的色泽。

2. 在变色域的高 pH 值变色点的测定中，等于变色点 pH 值的缓冲溶液与高于变色点 pH 值 0.2pH 单位的缓冲溶液的显色应相同，且符合规格中所规定的颜色。低于变色点 pH 值 0.2pH 单位的缓冲溶液与上两溶液颜色不同，且趋向于该指示剂低 pH 值变色点的色泽。

例：检验甲基红的变色范围（红 4.2~6.2 黄）。

测定低 pH 值变色点（ ≤ 4.2 ——红）：取 pH 4.0、pH 4.2、pH 4.4 三个缓冲溶液各 10 毫升，加 0.2 毫升甲基红溶液。其中 pH 4.2 与 pH 4.0 的红色应相同，pH 4.4 显色与上两者不同，应显有红橙色。

测定高 pH 值变色点（6.2——黄）：取 pH 6.0、pH 6.2 和 pH 6.4 三个缓冲溶液各 10 毫升，加 0.2 毫升甲基红溶液，其中 pH 6.2 与 pH 6.4 的黄色应相同，pH 6.0 显色与上两者不同，应显橙黄色。

附表

指示剂pH变色范围

指 示 剂 名 称	变 色 范 围, pH
甲基紫	黄0.1~1.5蓝
间甲酚紫	红0.5~2.5黄
对-二甲苯酚蓝	红1.2~2.8黄
百里香酚蓝(麝香草酚蓝)	红1.2~2.8黄
二甲胺橙	红1.3~3.0黄
苯紫4B	蓝紫1.3~4.0红
甲基紫	蓝1.5~3.2紫
茜素黄R	红1.8~3.3黄
2,6-二硝基酚(β)	无色2.4~4.0黄
2,4-二硝基酚(α)	无色2.6~4.0黄
对二甲氨基偶氮苯	红2.9~4.0黄
溴酚蓝	黄3.0~4.6蓝
刚果红	蓝3.0~5.2红
甲基橙	红3.0~4.4黄
溴氯酚蓝	黄3.2~4.8蓝
茜素磺酸钠	黄3.7~5.2紫
2,5-二硝基酚(I)	无色4.0~5.8黄
溴甲酚绿	黄3.8~5.4蓝
甲基红	红4.2~6.2黄
氯酚红	黄5.0~6.6红
对硝基酚	无色5.0~7.6黄
溴甲酚紫	黄5.2~6.8紫
溴酚红	黄5.2~7.0红
溴百里香酚蓝(溴麝香草酚蓝)	黄6.0~7.6蓝
姜黄	黄6.0~8.0棕红
酚红	黄6.8~8.4红

续附表

指示剂名称	变色范围, pH
中性红	红6.8~8.0黄
树脂质酸	黄6.8~8.2红
喹啉蓝	无色7.0~8.0紫蓝
甲酚红	黄7.2~8.8红
1-萘酚酞	玫瑰色7.3~8.7绿
间甲酚紫	黄7.4~9.0紫
酚酞	无色7.4~10.0红
百里香酚蓝 (麝香草酚蓝)	黄8.0~9.6蓝
对二甲苯酚蓝	黄8.0~9.6蓝
邻甲酚酞	无色8.2~10.4红
1-萘酚苯	黄8.5~9.8绿
百里香酚酞 (麝香草酚酞)	无色9.3~10.5蓝
茜素黄GG	黄10.0~12.0紫
泡依蓝C4B	蓝11.0~13.0红
桔黄I	黄11.0~13.0橙
磺胺	黄11.0~13.0橙棕
1,3,5-三硝基苯	无色11.5~14.0橙
靛蓝二磺酸钠 (靛红)	蓝11.6~14.0黄

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100

附 录

一、实验室一般基本知识

(一) 化驗室中安全注意事項:

在化学试验时,应注意安全操作,否则有可能造成中毒、烧伤或爆炸等意外事故,下面介绍一些经常要注意的安全操作:

1. 一切具有毒性或能发生恶臭的试验,均应在通风橱中或通风的地方进行,操作人员应立在避风的方向并应带上防护眼镜等保护用具进行操作。

2. 在使用挥发性及易燃性有机试剂作试验时,应在离火较远的地方进行。加热则应用水浴、砂浴或用石棉板隔上,不得使用直接火或电炉直接加热。

3. 扑灭已燃着的苯、乙醚或乙醇时,应用沙包或散沙盖住。倾出试剂或溶液时,切勿在容器上俯视,以免飞沫溅在脸上或衣服上。

5. 试管加热时,不要使管口向着自己或别人,也不要俯视正在加热的物体。

6. 不要直接俯在容器上嗅吸放出的气体,应在距离较远处慢慢地摇动手掌,将气体引向鼻孔。

7. 稀释浓的强酸,特别是硫酸,应将酸慢慢注入水中,并随加随搅拌。切勿将水加入酸中,以免溅出或爆炸。

8. 用吸滤法过滤的,应该用厚壁吸滤瓶,不得使用普

通锥形瓶。

(二) 洗液的配制及玻璃仪器的洗涤；

玻璃仪器使用后，应立即洗净，否则影响分析的准确性，洗涤时先用自来水洗，在仪器内装满水，用刷子擦去不溶于水的物质，然后冲洗数次，将水倾出即行，不再用湿的毛刷擦洗，否则刷上污物仍会粘附在壁上，洗净的玻璃仪器，可以完全被水粘湿，在表面上留下一层均匀的水的薄膜，如洗完后仍能看到一些小水珠，附在仪器的内壁上，则表示仪器上粘有油脂或其他污物，为此就必须用肥皂、去污粉或洗液来处理。

洗液的配制：

通常系用粗质重铬酸钾10克，溶于20毫升热水中冷后，徐徐加入175毫升工业用浓硫酸，贮于具有磨口玻塞试剂瓶中备用，使用时应先将玻璃仪器用水冲洗数次，滤干后倾入少许洗液加以转动使洗液均匀布于仪器的内壁，放置片刻后，多余的洗液仍倾回原瓶中，可以回用数次，（如变为绿色时不可再用）然后用自来水冲洗数次，洗液中应严密注意防止掺入还原剂或有机溶剂。

如附在器壁上的污物是不溶于水的无机物，特别是氧化剂，可用少量粗盐酸洗涤，已洗净的玻璃仪器，应用蒸馏水漂洗3—4次，擦干外部备用。

初次使用的坩埚应先在洗液中浸泡数小时后，再用水洗净干燥，灼烧后方能使用。

(三) 变色硅胶的制备

将无色硅胶摊在平盘中，在大气中放置约四天，任其吸收水份，以减退其应力，（否则部份干燥的硅胶因内应力-

浸入溶液中即会发生热爆裂成碎粒状)。使其重量增加到原

重量的 $\frac{1}{5}$ 左右时，浸入20%硝酸钴或氯化钴的乙醇溶液中。15~30分钟后，取出置空气中风干，再置于105°C烘箱中活化至恒重，即得变色硅胶。干燥时呈蓝色，若吸水变成红色，可再烘干还原使用。

(四) 几种仪器、器皿的使用方法及注意事项：

1. 分析天平：

在试验室中分析天平是不可缺少的基本精密仪器之一，因此必须仔细维护和合理使用，以免降低其应有的准确度和灵敏度。使用天平必须注意以下几点：

(1) 天平应放在适宜地点，最好与试验室分开，以免受烟雾侵蚀。应置于坚固的桌上或水泥台上，并应避免冷或热的强空气流和尘土以及阳光直射，因此应该远离窗户或蒸气管。

(2) 称量前应检查天平是否水平，再用小驼毛刷刷净两盘及法码，并用干净绸布拭净天平底板。称量时先关上天平门，轻轻放下升降枢，任梁摆动，校正零点。

(3) 无论取或放物体时，均应先将梁托起，以免天平刀口遭到磨损。

(4) 称量物应与天平温度相等，绝不可把热的或冷的物体放在天平盘上，以免影响称量准确度。同时梁臂受热会改变长度。天平箱内应放置变色硅胶作干燥剂。

(5) 分析天平的安全系数小，少许超重，就会使天平损坏，因此称重量不能超过说明书上最大载重量。

(6) 法码只能用镊子取用，不能用手拿，并保持经

常清洁。

2. 铂金器皿使用方法及注意事项:

铂金器皿是由铂金及0.3~0.5%铱或5%钨制成的。熔点很高, 1770°C, 可用作需要加入氢氟酸处理, 及碳酸钾铂熔融的分析工作。铂是贵金属又很娇嫩, 所以在使用时必须注意以下几点:

(1) 铂在加热时, 易于与其他金属形成合金而损坏, 因此在加热时必须用镶有铂尖的坩埚钳夹取, 灼烧时应置于泥三角, 石英三角或铂丝三角上。

(2) 凡能与铂起作用的物质, 都不可放在铂器皿内, 这些物质是:

①热碳: 如有烟火焰或发光焰(煤气燃烧不完全)中有游离碳, 能使铂变脆。同理还原焰也不能和铂接触。滤纸应在低温灰化后才能灼烧。

②易还原为金属或非金属的化合物, 以及这些金属及其盐类如银、汞、铅、铋、铊、锡等的盐类; 硫化物或硫酸盐与还原剂; 磷和砷的化合物。这些化合物, 遇到滤纸和碳或火焰中的还原气体进入坩埚内部, 都能还原而损害铂器皿。

③固体碱金属氧化物和氢氧化物, 碱金属的硝酸盐等都能强烈侵蚀铂, 因而不能放在铂器皿内加热。只有碳酸钠, 碳酸钾熔融可以用铂器皿。

④卤素溶液: 能形成卤素的混合物(如盐酸和氧化剂; 王水; 溴化物和溴酸盐等)。盐酸中的三氯化铁都能侵蚀铂。

(3) 凡性质不明的物质都不可在铂器皿内处理和加热。

(4) 铂器皿应保持清洁和光亮。避免铂器皿的重结

晶，（灰色）如发现上述现象，应用润湿的细砂或滑石粉磨去。否则任其蔓延到内部，会导致铂器皿分裂。

铂器皿上有斑点，应先用稀盐酸（或硝酸，但二者不可并用）浸煮。如去不掉可冲洗干净，用焦性硫酸钾于低温（约 300°C ）熔融5—10分钟，趁热将熔融物倾于石板或金属板上角放在稀盐酸中浸渍以除去熔融物。如斑点未去尽，可重复用焦性硫酸钾熔融。如无作用则改用碳酸钠熔融。

3. 烘箱：

烘箱是用来烘干湿物的，决不能用来蒸发溶液。否则，箱内被水蒸汽饱和，就不能再继续蒸发。烘干时能放出酸性蒸气的物体，不能放在烘箱内加热。否则烘箱中金属部份将受到侵蚀。放在烘箱内烘干的物体，一定要放在表玻璃上，不宜放在隔层板。使用方便的烘箱，是用电加热并附有温度调节器和鼓风装置的。这种烘箱一般能加热到 180°C ，但在造纸分析中，经常用的烘干温度为 $100-125^{\circ}\text{C}$ 此外，还有利用红外线加热的烘箱。开启烘箱门时，内部温度降低很快，因此要避免开门时间过长。在恒重阶段中，非达规定时间不得开启。

4. 高温炉：高温炉一般是用镍铬丝绕成的。镍铬丝在短时间内虽能烧到 1000°C 以上，但时间稍久就会烧断，因此一般灼烧不应超过 1000°C 以上。在使用高温炉前，应先用干布擦干净炉腔壁，以防在灼烧过程中，有垢物堕入坩埚中。熔融操作最好不要在高温炉中进行，如用铂金坩埚进行熔融，可在高温炉中进行，但应先在电炉上先低温加热后再移入高温炉中，铂坩埚应放置于一耐火板上（不能用石棉网），不能直接放置于炉腔中。测定黑液灰份时一定要预先蒸干，并在较低温度下灼烧至碳化，再移入高温炉中。

5. 干燥器:

任何分析物必须在达到室温后方可在天秤上称量,不然会影响结果的正确性,为了避免吸收水份,应把灼烧后的坩埚沉淀物及烘干物等放在干燥器内冷却至室温,干燥器应放置焙烘过的氯化钙,变色硅胶五氧化二磷或浓硫酸,(应在酸内放一些短玻璃管,以免酸因振荡而上溅)之类的干燥剂,一般只要放底部的一半即可,由于干燥剂吸收水份,致使放在干燥器内磁板上的冷却物在冷却时不会吸收水份,使用时应注意以下几点:

(1) 干燥器的盖子的磨砂边上应涂上一层薄而均匀的凡士林,这样盖上后可避免外界空气的透入。

(2) 开干燥器盖子时,只能将盖向一侧移动,不能向上举。

(3) 放入灼烧后的器皿时,应先将其冷却至 $400^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$ 才能放干燥器中,放入器皿后,应隔几秒钟把盖子向边上推开一次,以放出热空气,推开的每次不超过一秒钟,否则热空气会使干燥器内空气膨胀而把盖子顶落打破,或盖子不易打开。

(4) 移动干燥器时应小心谨慎,将两手大拇指系至盖上,二臂无摆动的将干燥器移走。(使用硫酸干燥器最好不要移动)。

(5) 在干燥器中冷却一般约需半小时即可称量,具体时间则视其冷却物多少而定。

6. 容量分析仪器

容量分析常用的玻璃仪器有容量瓶、吸移管和滴定管。所有这些仪器准确与否,对分析结果准确度影响很大,因此

对它的容积最好能预先加以校准。校准方法对容量瓶及吸移管一般都是称量充满于器皿中的水的重量，再根据测定时水的温度，对称量的重量加以修正，以求得其真正容积。滴定管也是按同样方法称量以滴定管的零度到其它刻度所流出来的水的重量而求得。下面仅介绍其使用时应注意事项：

(1) 滴定管；

滴定管是用来测量所耗用标准溶液体积的，故必须使流出的体积准确，在滴定管上读数时，眼睛应尽可能与液面的弯月面最低处相平。其法可用一张白卡片，中涂一黑色长方形（ 3×1.5 厘米），置于滴定管背后，黑白交界处恰好是弯月面的最低处，使弯月面变暗以便读数。

使用滴定管时应先用洗液及蒸馏水洗净，然后用干毛巾将玻璃塞拭干，在塞的两端涂凡士林少许，插入塞孔中，徐徐转动，使凡士林均匀分布在塞上以防漏水，在盛放标准溶液前，应用该溶液冲洗2~3次，每次用5毫升，然后加入溶液至刻度零处，管尖易藏有气泡用前可放出少量溶液除去。

滴定管有玻璃活塞的和橡皮节门的两种，凡碱类溶液，决不能使用具有玻璃活塞的滴定管，否则将会被粘住，而无法打开。反之凡是侵蚀橡皮的氧化物质如 I_2 、 $KMnO_4$ 、 $AgNO_3$ 溶液，就不能用具有橡皮管节门的滴定管。

每次滴定最好从刻度的另点开始，可使容器校准的误差被抵销，同时还可直接读出测量的体积，不需两次读数相减，滴定时溶液流出不要太快（保持3~4秒一滴），否则会有相当量的溶液留在滴定管内壁上，在读数时仍会继续往下流，造成读数不准确。

(2) 吸移管。

吸移管是用米吸取一定量容积液体的，使用时，先用少量准备吸取的液体冲洗数次，然后用姆指和中指拿住靠近顶端的部分，将管的下端伸入液体中，用口从上孔中吸出空气，此时液体即进入管中，待超过上端刻度，迅速用食指关闭上孔，然后小心开启上孔，使液体流到刻度处，用干的洁净，滤纸片擦干管的下端外部附着的液体，将吸移管移到另一器皿上，应垂直的拿着它，使它靠紧器皿内壁，开启上孔使液体流出，流完后等待15秒钟（每次要等相同时间）再将管取出，留在管内少量液体不应摇出吹出、也不可用热度来加热吸管宽部，排出液体，因吸移管的容量是根据液体自由流下来计算的，剩余在管内的少量液体已考虑在内。

(3) 容量瓶

容量瓶是用它将一定量的物质，稀释至一定的体积，物质应先在烧杯中溶解，然后把它定量的移入容量瓶中，再一边和水稀释，一边摇动并务使溶液混合均匀，至水达瓶颈时，加塞充分振荡，静置片刻，以便液体流下，最后用洗瓶并逐滴加水至刻度，在稀释过程中，可能放热或吸热故应放置一定时间，必要时应予以冷却，使其温度与室温平衡，再加水到刻度。

(4) 玻璃过滤器

用硬质玻璃制成，底部为一垂直熔玻璃片，此片系用玻璃粉在高温中烧结而成，孔径大小主要与所用玻璃粉原料细度有关，这样滤器一般按孔径大小分为下列几级：

号 码 (国外) 直径微米 号 码 直径微米(长春玻璃厂)

1 100—120 1G1 20—30

2	40—50	1G2	10—15
3	20—30	1G3	4.9—9
4	5—10	1G4	3—4
		1G5	1.5—2.5
		1G6	1.5以下

此种滤器虽不耐高温，但仔细逐渐加热，可烧至 500°C 不致碎裂，过滤时应借助于吸滤瓶，用水泵或真空泵吸滤吸滤瓶上应装有筒形漏斗连接该漏斗上部用一长约 5 cm 相当于自行车内胎的橡皮管套住滤器而连接至吸滤瓶上。玻璃滤器对酸的抗腐蚀性很强，但对于碱性抗腐蚀性较弱，因此不能用它过滤强碱液。

(5) 长颈漏斗：

漏斗的锥形体应作 60° 角，柄长应为 15~20cm，内径要窄些过滤时，柄内应充满液体，成一连续液体柱，否则过滤速度将减慢，滤纸应紧贴在漏斗上，特别注意三层和单层交界处，如果折叠成锥形滤纸（特别是上部）与漏斗贴得不很紧，应调整滤纸第二折叠处（放大或缩小锥形体的角度），使两者紧贴后，取出滤纸锥，撕去最前外的一角（在三层与单层交界处）放回漏斗中，用手指捺住，加水润湿，再用手指将滤纸锥四周压紧，贴在漏斗上，以防过滤时有气体进入，滤纸应全部在漏斗内，不能伸出漏斗外，滤液最多加到滤纸边缘以下 3~4 mm 处，否则一部分沉淀会因毛细管作用爬出滤纸边缘。

(五) 一些玻璃管及玻棒加工制作：

1. 玻管或玻璃棒的截断，取出一根玻管或玻棒在需要截断的地方用水润湿，用小锉锉之（只要用力锉一下即可，不

要来回反复锤)然后放在手上,使刻痕在两个大姆指之间,由下向上轻轻弯曲,同时轻轻向两侧拉扯,这样就能获得平整的切口,然后将两端烧熔使之光滑。

2.平头玻璃棒的制作,将玻璃棒的一头烧熔后,用手拿住玻璃棒的另一端,在石棉板或耐火板上压平,一次未平可再烧熔后再压,直至平头直径符合规格为止,但必须注意两板上压时,手用力用均否则平头不平整。

3.玻璃管的弯曲,弯曲玻璃管时,先用塞塞上一端,而后用大火焰烧要弯曲的地方,同时用手指不断地旋转管子,为了增加受热面积,在火焰水平的位置上也要前后移动,当玻璃管烧得亮红而柔软时,把管子由火焰中取出,把它的一端向上抬起,并谨慎地弯成所需要的角度,为了不致使弯曲部分的下面形成玻璃的臃集,应从开口的一端轻轻吹入空气,并使弯曲的地方逐渐冷却,而不能放在冷的表面上,否则易于裂缝。

4.塞子的钻孔操作,当装置仪器时,为了插入玻璃管或温度计就需要将塞子钻孔。实验室常用的钻孔器是一组不同直径的金属管子,它的一端有柄另一端很锋利。钻孔时应从塞子小的一端开始下钻,预先需选定下钻的位置,钻孔时以左手持塞子,右手拿钻孔器,轻轻将钻孔器转动着向下压。注意使钻孔器的入口垂直于塞子底,当钻孔器快要钻通时,把塞子大的一端放在木板上,用较大的力量转动钻孔器直至孔钻穿。钻完后,把钻孔器取出,并将其中钻下的软木或橡皮用一直径较小的钻孔器或特制的小棒打出。在橡皮塞上钻孔由于橡皮的弹性与摩擦可在穿孔器上涂些凡士林或甘油作润滑剂。选用钻孔器时应使钻孔器的直径略小于所需的孔,这样才能使所装入的玻璃管或温度计等插得很紧密。

二、附 表

硫酸溶液浓度表

比 重 (在20℃时)	H ₂ SO ₄ 的含量克		比 重 (在20℃时)	H ₂ SO ₄ 的含量克	
	在100 克 中	在1升中		在100 克 中	在1升中
1.005	1	10.05	1.178	25	294.5
1.012	2	20.24	1.186	26	308.4
1.018	3	30.55	1.194	27	322.4
1.025	4	41.00	1.202	28	336.6
1.032	5	51.59	1.210	29	351.0
1.038	6	62.31	1.219	30	365.6
1.045	7	73.17	1.227	31	380.3
1.052	8	84.18	1.235	32	395.2
1.059	9	95.32	1.243	33	410.3
1.066	10	106.6	1.252	34	425.5
1.073	11	118.0	1.260	35	441.0
1.080	12	129.6	1.268	36	456.6
1.087	13	141.4	1.277	37	472.5
1.095	14	153.3	1.286	38	488.5
1.102	15	165.3	1.294	39	504.7
1.109	16	177.5	1.303	40	521.1
1.117	17	189.9	1.312	41	537.7
1.124	18	202.3	1.321	42	554.6
1.132	19	215.1	1.329	43	571.6
1.139	20	227.9	1.338	44	588.9
1.147	21	240.9	1.346	45	606.4
1.155	22	251.1	1.357	46	624.2
1.163	23	267.4	1.366	47	642.2
1.170	24	280.9			

比 重 (在20℃时)	H ₂ SO ₄ 的含量克		比 重 (在20℃时)	H ₂ SO ₄ 的含量克	
	在 100 克 中	在 1 升中		在 100 克 中	在 1 升中
1.376	48	660.4	1.657	74	1226
1.385	49	678.8	1.669	75	1252
1.395	50	697.6	1.681	76	1278
1.405	51	716.5	1.693	77	1303
1.415	52	735.7	1.704	78	1329
1.425	53	755.1	1.716	79	1355
1.435	54	774.9	1.727	80	1382
1.445	55	794.8	1.738	81	1408
1.456	56	815.2	1.749	82	1434
1.466	57	835.7	1.759	83	1460
1.477	58	856.7	1.769	84	1486
1.488	59	877.6	1.779	85	1512
1.498	60	899.0	1.787	86	1537
1.509	61	920.6	1.795	87	1562
1.520	62	942.4	1.802	88	1586
1.531	63	964.5	1.809	89	1610
1.542	64	986.9	1.814	90	1633
1.553	65	1010	1.819	91	1656
1.565	66	1033	1.824	92	1678
1.576	67	1056	1.828	93	1700
1.587	68	1079	1.8312	94	1721
1.599	69	1103	1.8337	95	1742
1.611	70	1127	1.8355	96	1762
1.622	71	1152	1.8364	97	1781
1.634	72	1176	1.8361	98	1799
1.646	73	1201	1.8342	99	1816
			1.8305	100	1831

硫酸的当量=49.03。浓硫酸一般以36当量计算。

盐酸溶液浓度表

比 重 (在20℃时)	HCl 的含量克		比 重 (在20℃时)	HCl 的含量克	
	在 100 克 中	在 1 升中		在 100 克 中	在 1 升中
1.003	1	10.03	1.108	22	243.8
1.008	2	20.16	1.119	24	268.5
1.018	4	40.72	1.129	26	293.5
1.028	6	61.67	1.139	28	319.0
1.038	8	83.01	1.149	30	344.8
1.047	10	104.7	1.159	32	371.0
1.057	12	126.9	1.169	34	397.5
1.068	14	149.5	1.179	36	424.4
1.078	16	172.4	1.189	38	451.6
1.088	18	195.8	1.198	40	479.2
1.098	20	219.6			

注：盐酸的当量 = 36.5 浓盐酸一般以12当量计算。

氢氧化钠溶液浓度表

比 重 (在20℃时)	NaOH 的含量克		比 重 (在20℃时)	NaOH 的含量克	
	在 100 克 中	在 1 升中		在 100 克 中	在 1 升中
1.010	1	10.10	1.241	22	273.0
1.021	2	20.41	1.263	24	303.1
1.032	3	30.95	1.285	26	334.0
1.043	4	41.71	1.306	28	365.8
1.053	5	52.69	1.328	30	398.4
1.065	6	63.89	1.349	32	431.7
1.076	7	75.31	1.370	34	465.7
1.087	8	86.95	1.390	36	500.4
1.098	9	98.81	1.410	38	535.8
1.103	9.5	104.86	1.430	40	572.0
1.109	10	110.9	1.449	42	608.7
1.131	12	155.7	1.469	44	646.1
1.153	14	161.4	1.487	46	684.2
1.175	16	188.0	1.507	48	723.1
1.192	17.5	210.0	1.525	50	762.7
1.197	18	215.5			
1.219	20	243.8			

氢氧化钠当量=40

温度与压力关系表

温 度		饱 和 蒸 汽 压		相 当 于 大 气 压 压 力
℃	°F	磅/吋 ² (LbS/in ²)	公斤/厘米 ² (kg/Cm ²)	
100	212	0	0.00	0.00
109	227	5	0.35	0.34
115	239	10	0.70	0.68
125	258	20	1.41	1.36
130		25	1.76	1.70
134	274	30	2.11	2.04
137.5		35	2.46	2.38
141	287	40	2.81	2.72
144.5		45	3.16	3.06
148	298	50	3.51	3.40
150.5		55	3.86	3.74
153	307	60	4.22	4.08
155.5		65	4.57	4.42
158	316	70	4.92	4.76
160		75	5.27	5.10

温 度		饱 和 蒸 汽 压		相 当 于 大 气 压 压 力
℃	°F	磅/吋 ² (LbS/in ²)	公斤/厘米 ² (kg/Cm ²)	
162	324	80	5.62	5.44
164		85	5.97	5.78
166	330	90	6.33	6.12
168		95	6.68	6.46
170	337	100	7.03	6.80
171.5		105	7.38	7.14
173	344	110	7.73	7.48
175		115	8.08	7.82
177	350	120	8.49	8.16
180	356	130	9.19	8.84
183	361	140	9.84	9.52
186	366	150	10.55	10.20
192	378	175	12.30	11.90
198	388	200	14.06	13.60

$$1 \text{ atm} = 14.69 \text{ LbS/IN}^2 = 1.033 \text{ kg/Cm}^2$$

$$10 \text{ LbS/IN}^2 = 0.703 \text{ kg/Cm}^2 = 0.6804 \text{ atm}$$

国际原子量表 (1961年)

元 素	符 号	1961年国际原子量	元 素	符 号	1961年国际原子量
银	Ag	107.87	铁	Fe	55.847
铝	Al	26.9815	镓	Ga	69.72
砷	As	74.9216	锗	Ge	72.59
金	Au	196.967	氢	H	1.00797
硼	B	10.811	汞	Hg	200.59
钡	Ba	137.34	碘	I	126.9044
铍	Be	9.0122	铟	In	114.82
铋	Bi	208.980	钾	K	39.102
溴	Br	79.909	镧	La	138.91
碳	C	12.01115	锂	Li	6.939
钙	Ca	40.08	镁	Mg	24.312
镉	Cd	112.40	锰	Mn	54.9380
铈	Ce	140.12	钼	Mo	95.94
氯	Cl	35.453	氮	N	14.0067
钴	Co	58.9332	钠	Na	22.9898
铬	Cr	51.996	钕	Nd	144.24
铯	Cs	132.905	镍	Ni	58.71
铜	Cu	63.54	氧	O	15.9994
铀	Eu	151.96	铷	Rb	85.4678
氟	F	18.9984	磷	P	30.9738

国际原子量表(1961年)

元素符号	1961年国际原子量	元素符号	1961年国际原子量
铅 Pb	207.19	钇 Y	88.905
钡 Ba	137.33	锌 Zn	65.37
锆 Zr	91.224	铈 Ce	140.12
铂 Pt	195.084	镧 La	138.905
铷 Rb	85.468	铈 Ce	140.12
铼 Re	186.207	镨 Pr	140.907
硫 S	32.064	钕 Nd	144.24
锑 Sb	121.757	铈 Ce	140.12
硒 Se	78.96	铈 Ce	140.12
硅 Si	28.086	铈 Ce	140.12
锡 Sn	118.69	铈 Ce	140.12
锶 Sr	87.62	铈 Ce	140.12
钽 Ta	180.948	铈 Ce	140.12
碲 Te	127.60	铈 Ce	140.12
钍 Th	232.038	铈 Ce	140.12
钛 Ti	47.88	铈 Ce	140.12
铊 Tl	204.387	铈 Ce	140.12
铀 U	238.02891	铈 Ce	140.12
钒 V	50.942	铈 Ce	140.12
钨 W	183.85	铈 Ce	140.12