

ICS 71.040.30
G 60



中华人民共和国国家标准

GB 10737—2007
代替 GB 10737—1989

GB 10737—2007

工作基准试剂 含量测定通则 称量电位滴定法

Working chemical—
General rules for assay—Weight titration (potentiometric method)

中华人民共和国
国家标准
工作基准试剂
含量测定通则 称量电位滴定法
GB 10737—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 31 千字
2007年9月第一版 2007年9月第一次印刷

*

书号:155066·1-29898 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 10737—2007

2007-02-02 发布

2007-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

式中:

$u_{\text{cBrel}}(\overline{w}_G)$ ——工作基准试剂含量测定结果的 B 类相对合成标准不确定度分量,数值以“%”表示;
 \overline{w}_G ——工作基准试剂含量测定的平均值,数值以“%”表示。

E.1.4 工作基准试剂含量测定结果扩展不确定度的计算

工作基准试剂含量测定结果的扩展不确定度 $[U(\overline{w})]$ 按式(E.19)计算:

$$U(\overline{w}) = k \times u_{\text{c}}(\overline{w}_G) \quad \dots\dots\dots (\text{E.19})$$

式中:

$u_{\text{c}}(\overline{w}_G)$ ——工作基准试剂含量测定结果合成标准不确定度,数值以“%”表示;
 k ——包含因子(一般情况下 $k=2$)。

E.2 用基准溶液进行量值传递时工作基准试剂含量测定结果不确定度的计算

E.2.1 工作基准试剂含量测定结果的 A 类标准不确定度分量的计算

计算方法与 E.1.1 工作基准试剂质量分数平均值的 A 类标准不确定度分量的计算相同。

E.2.2 工作基准试剂含量测定结果的 B 类相对合成标准不确定度分量的计算

根据 7.2 中式(3),工作基准试剂含量测定结果的 B 类相对合成标准不确定度分量 $[u_{\text{cBrel}}(\overline{w}_G)]$ 按式(E.20)计算:

$$u_{\text{cBrel}}(\overline{w}_G) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m_1) + u_{\text{rel}}^2(m_2) + u_{\text{rel}}^2(m_3) + u_{\text{rel}}^2(m_4 - m_{4K}) + u_{\text{rel}}^2(w_B) + u_{\text{rel}}^2(M_B) + u_{\text{rel}}^2(M_G) + u_{\text{rel}}^2(r)} \quad \dots\dots\dots (\text{E.20})$$

式中:

$u_{\text{rel}}(m_1)$ ——标准物质质量的数值的相对标准不确定度分量;
 $u_{\text{rel}}(m_2)$ ——基准溶液质量的数值的相对标准不确定度分量;
 $u_{\text{rel}}(m_3)$ ——工作基准试剂质量的数值的相对标准不确定度分量;
 $u_{\text{rel}}(m_4 - m_{4K})$ ——扣除空白后滴定工作基准试剂所用基准溶液质量的数值的相对标准不确定度分量;
 $u_{\text{rel}}(w_B)$ ——标准物质含量的数值的相对标准不确定度分量;
 $u_{\text{rel}}(M_B)$ ——标准物质摩尔质量的数值的相对标准不确定度分量;
 $u_{\text{rel}}(M_G)$ ——工作基准试剂摩尔质量的数值的相对标准不确定度分量;
 $u_{\text{rel}}(r)$ ——工作基准试剂含量测定结果的数值修约的相对标准不确定度分量。

$u_{\text{rel}}(m_3)$ 、 $u_{\text{rel}}(m_4 - m_{4K})$ 、 $u_{\text{rel}}(w_B)$ 、 $u_{\text{rel}}(M_B)$ 、 $u_{\text{rel}}(M_G)$ 、 $u_{\text{rel}}(r)$ 与 E.1.2 中相应项目的计算方法相同。

E.2.2.1 标准物质质量的数值的相对标准不确定度分量 $[u_{\text{rel}}(m_1)]$ 按式(E.21)计算:

$$u_{\text{rel}}(m_1) = \frac{u(m_1)}{m_1} \quad \dots\dots\dots (\text{E.21})$$

式中:

$u(m_1)$ ——标准物质质量的数值的标准不确定度分量,单位为克(g);
 m_1 ——标准物质质量的数值,单位为克(g)。

式(E.21)中:

$$u(m_1) = \sqrt{u_1^2(m_1) + u_2^2(m_1)} \quad \dots\dots\dots (\text{E.22})$$

$$u_2(m_1) = \sqrt{2 \times \left(\frac{a}{k}\right)^2} \quad (\text{按均匀分布, } k = \sqrt{3}) \quad \dots\dots\dots (\text{E.23})$$

式中:

$u_1(m_1)$ ——配制基准溶液称取标准物质时所用天平的重复性误差引入的不确定度分量,单位为克(g);
 $u_2(m_1)$ ——所用天平在称量范围内的最大允许误差引入的不确定度分量,单位为克(g);

前 言

本标准 4.2、4.3、4.5、第 6 章、第 7 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准代替 GB 10737—1989《工作基准试剂(容量) 称量电位滴定法通则》。

本标准与 GB 10737—1989 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为《工作基准试剂 含量测定通则 称量电位滴定法》;

——修改了适用范围(1989 年版第 1 章,本版第 1 章);

——增加了“一般规定”一章(本版第 4 章);

——删除了“试剂”一章(1989 年版第 4 章);

——调整了测定精密度的要求(1989 年版 6.1;本版 4.5);

——修改了结果的计算公式(1989 年版第 7 章;本版第 7 章);

——删除了“方法的精密度和准确度”一章(1989 年版第 8 章);

——增加了“测定结果的扩展不确定度”一章(本版第 8 章);

——增加了“基准溶液的配制”(本版附录 A);

——修改了二级微商的计算(1989 年版 6.2;本版附录 C);

——增加了“工作基准试剂含量测定结果的不确定度的计算”(本版附录 E)。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为规范性附录,附录 E 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人:王化圣、黄志齐、王素芳、郝玉林。

本标准于 1989 年首次发布。

$$u_{\text{rel}}(m_2 - m_{2K}) = \frac{u(m_2 - m_{2K})}{m_2 - m_{2K}} \dots\dots\dots (E.5)$$

式中:

$u(m_2 - m_{2K})$ ——扣除空白后滴定标准物质所用操作溶液质量数值的标准不确定度分量,单位为克(g);

$m_2 - m_{2K}$ ——扣除空白后滴定时所用操作溶液质量的数值,单位为克(g)。

式(E.5)中:

$$u(m_2 - m_{2K}) = \sqrt{2 \times \left(\frac{a}{k}\right)^2 + 2 \times \left(\frac{a}{k}\right)^2} \quad (\text{按均匀分布, } k = \sqrt{3}) \dots\dots\dots (E.6)$$

式中:

a ——感量为 0.1 mg 的天平的最大允许误差。

E.1.2.3 工作基准试剂质量的数值的相对标准不确定度分量 $[u_{\text{rel}}(m_3)]$ 按式(E.7)计算:

$$u_{\text{rel}}(m_3) = \frac{u(m_3)}{m_3} \dots\dots\dots (E.7)$$

计算方法与 E.1.2.1 标准物质质量的数值的相对标准不确定度分量的计算方法相同。

用替代称量法进行称量时,此项可忽略不计。

E.1.2.4 扣除空白后滴定工作基准试剂所用操作溶液质量的数值的相对标准不确定度分量 $[u_{\text{rel}}(m_4 - m_{4K})]$ 按式(E.8)计算:

$$u_{\text{rel}}(m_4 - m_{4K}) = \frac{u(m_4 - m_{4K})}{m_4 - m_{4K}} \dots\dots\dots (E.8)$$

计算方法与 E.1.2.2 滴定标准物质所用操作溶液质量的数值的相对标准不确定度分量的计算方法相同。

E.1.2.5 标准物质含量的数值的相对标准不确定度分量 $[u_{\text{rel}}(\tau_{\text{B}})]$ 按式(E.9)计算:

$$u_{\text{rel}}(\tau_{\text{B}}) = \frac{u(\tau_{\text{B}})}{\tau_{\text{B}}} \dots\dots\dots (E.9)$$

式中:

$u(\tau_{\text{B}})$ ——标准物质含量的数值的标准不确定度分量,数值以“%”表示;

τ_{B} ——标准物质含量的数值,数值以“%”表示。

式(E.9)中:

$$u(\tau_{\text{B}}) = \frac{U}{k} \dots\dots\dots (E.10)$$

式中:

U ——标准物质质量分数的数值的扩展不确定度,数值以“%”表示;

k ——包含因子。

U, k 的数值见标准物质证书。

E.1.2.6 标准物质摩尔质量的数值的相对标准不确定度分量 $[u_{\text{rel}}(M_{\text{B}})]$ 按式(E.11)计算:

$$u_{\text{rel}}(M_{\text{B}}) = \frac{u(M_{\text{B}})}{M_{\text{B}}} \dots\dots\dots (E.11)$$

式中:

$u(M_{\text{B}})$ ——标准物质摩尔质量的数值的标准不确定度分量,单位为克每摩尔(g/mol);

M_{B} ——标准物质摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

式(E.11)中:

$$u(M_{\text{B}}) = \sqrt{u^2(M_{\text{B}-1}) + u^2(M_{\text{B}-2})} \dots\dots\dots (E.12)$$

工作基准试剂 含量测定通则 称量电位滴定法

1 范围

本标准规定了用分析天平称量操作溶液或基准溶液的质量,以电位法确定终点的滴定分析方法。本方法测定结果的相对标准偏差为 0.02%。

本标准适用于工作基准试剂的含量测定。

2 规范性引用文件

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

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

3 方法原理

测定工作基准试剂的含量需用化学成分标准物质为其赋值。

当标准物质和工作基准试剂样品是具有同类化学成分量,即具有相同或相近的计量学功能的物质时,可使用称量电位滴定这种高精密度的测量方法,在测量仪器、测量条件和操作程序均正常的情况下,借助操作溶液进行量值传递,将样品与标准物质直接比较而得出样品含量的量值。

当标准物质溶液与工作基准试剂样品溶液之间能迅速地进行定量反应、且反应的化学计量点可准确确定时,则可用称量法将标准物质配制成具有准确浓度的基准溶液,并用基准溶液滴定(称量电位滴定)被测样品,进行量值传递,得出样品含量的量值。

4 一般规定

4.1 本标准中所用操作溶液应按 GB/T 601 的规定配制,基准溶液按附录 A 的规定配制。实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

4.2 本标准中所用标准物质含量(质量分数)不得低于 99.95%,扩展不确定度不得大于 0.02%。

4.3 称量标准物质和样品的质量应精确至 0.01 mg,分析天平在 0 g~5 g 范围内的重复性误差及最大允许误差均不得大于 0.03 mg。若最大允许误差大于 0.03 mg,可使用一等砝码按替代称量法进行称量。称量操作溶液或基准溶液的质量应精确至 0.1 mg。

4.4 标准物质和样品的称取量应使滴定时消耗的操作溶液或基准溶液的质量在 23 g~37 g 之间。

4.5 测定样品时须两人进行实验,分别各做四平行,每人四平行测定结果极差的相对值不得大于重复性临界极差的相对值,即 $[C_r R_{95}(4)] = 0.069\%$ 。两人八平行测定结果极差的相对值不得大于重复性临界极差的相对值,即 $[C_r R_{95}(8)] = 0.082\%$ 。在运算过程中保留五位有效数字,取两人八平行测定值的平均值为报出结果,报出结果取四位有效数字。

注 1:极差的相对值是指含量测定结果的极差值与含量测定结果平均值的比值,以“%”表示。

注 2:重复性临界极差 $[C_r R_{95}(n)]$ 是一个数值,在重复性条件下,几个测试结果的极差以 95% 的概率不超过此数。

注 3:重复性临界极差的相对值是指重复性临界极差与含量测定结果平均值的比值,以“%”表示。

4.6 用本标准规定的方法测定,工作基准试剂含量测定结果的扩展不确定度一般不应大于 0.05%。