



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 602—2002  
代替 GB/T 602--1988

---

## 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

Chemical reagent—  
Preparations of standard solutions for impurity

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

2002-10-15 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

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

本标准代替 GB/T 602—1988《化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备》。

本标准与 GB/T 602—1988 相比主要变化如下：

- 修改了英文名称；
- 调整了实验用水规格(1988年版的 3.1；本版的 3.1)；
- 修改了缩二脲、钛、钴、碲标准溶液的制备方法(1988年版的 4.11、4.51、4.57、4.75；本版表 1 中序号：11、51、57、75)；
- 增加了氨基三乙酸、硝基苯两项标准溶液(本版表 1 中序号：84、85)；
- 取消了附录 A 中的“甲醛含量测定”和“过氧化氢含量测定”两项(1988年版的附录 A 中 A2、A4)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所、上海试剂二厂。

本标准主要起草人：关瑞宝、刘冬霓、强京林、郝玉林、王素芳。

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

# 化学试剂

## 杂质测定用标准溶液的制备

### 1 范围

本标准规定了化学试剂杂质测定用标准溶液的制备方法。

本标准适用于制备单位容积内含有准确数量物质(元素、离子或分子)的溶液,适用于化学试剂中杂质的测定,也可供其他行业选用。

### 2 规范性引用文件

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

- GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 685—1993 化学试剂 甲醛溶液(neq ISO 6353-3:1987)
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
- GB/T 6684—2002 化学试剂 30%过氧化氢

### 3 一般规定

3.1 本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,所用标准滴定溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682—1992 中三级水规格。

#### 3.2 杂质测定用标准溶液的量取

3.2.1 杂质测定用标准溶液,应使用分度吸管量取。每次量取时,以不超过所量取杂质测定用标准溶液体积的三倍量选用分度吸管。

3.2.2 杂质测定用标准溶液的量取体积应在 0.05 mL~2.00 mL 之间。当量取体积少于 0.05 mL 时,应将杂质测定用标准溶液按比例稀释,稀释的比例,以稀释后的溶液在应用时的量取体积不小于 0.05 mL 为准;当量取体积大于 2.00 mL 时,应在原杂质测定用标准溶液制备方法的基础上,按比例增加所用试剂和制剂的加入量,增加比例以制备后溶液在应用时的量取体积不大于 2.00 mL 为准。

3.3 除另有规定外,杂质测定用标准溶液,在常温(15℃~25℃)下,保存期一般为二个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

3.4 本标准中所用溶液以(%)表示的均为质量分数,只有乙醇(95%)中的(%)为体积分数。

### 4 制备方法

杂质测定用标准溶液的制备方法,见表 1。

表 1 杂质测定用标准溶液的制备方法

序号	名称	浓度 (mg/mL)	制 备 方 法
1	乙酸酐[(CH <sub>3</sub> CO) <sub>2</sub> O]	1	称取 0.100 g 乙酸酐,置于 100 mL 容量瓶中,用无乙酸酐的乙酸(冰醋酸)溶解,用无乙酸酐的乙酸(冰醋酸)稀释至刻度。临用前制备。 无乙酸酐的乙酸(冰醋酸)的制备:将乙酸(冰醋酸)回流 30 min 后,蒸馏制得。
2	乙酸盐(CH <sub>3</sub> COO)	10	称取 23.050 g 乙酸钠(CH <sub>3</sub> COONa·3H <sub>2</sub> O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
3	乙醛(CH <sub>3</sub> CHO)	1	称取 $m$ g 乙醛(40%),精确至 0.001 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。 乙醛(40%)的称取质量 $m$ ,数值以克(g)表示,按式(1)计算: $m = \frac{1.000}{w} \dots\dots\dots(1)$ 式中: $w$ ——乙醛(40%)的实测质量分数的数值,以“%”表示。 制备前应按本标准附录 A 中 A1 规定的方法测定乙醛(40%)的质量分数。
4	水杨酸(HOC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> COOH)	0.1	称取 0.100 g 水杨酸,加少量水和 1 mL 乙酸(冰醋酸)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
5	丙酮(CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub> )	1	称取 1.000 g 丙酮,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。
6	甲醇(CH <sub>3</sub> OH)	1	称取 1.000 g 甲醇,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。
7	甲醛(HCHO)	1	称取 $m$ g 甲醛溶液,精确至 0.001 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。 甲醛溶液的称取质量 $m$ ,数值以克(g)表示,按式(2)计算: $m = \frac{1.000}{w} \dots\dots\dots(2)$ 式中: $w$ ——甲醛溶液的实测质量分数的数值,以%表示。 制备前应按 GB/T 685—1993 的规定测定甲醛溶液的质量分数。
8	草酸盐(C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )	0.1	称取 0.143 g 草酸(H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。
9	苯酚(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH)	1	称取 1.000 g 苯酚,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。

表 1(续)

序号	名称	浓度/ (mg/mL)	制 备 方 法
10	葡萄糖(C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> ·H <sub>2</sub> O)	1	称取 1.000 g 葡萄糖(C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> ·H <sub>2</sub> O), 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
11	缩二脲(NH <sub>2</sub> CONHCONH <sub>2</sub> )	1	称取 1.000 g 缩二脲, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。临用前制备。
12	羰基化合物(CO)	1	称取 10.43 g 丙酮(相当于 5.000 g CO), 置于含有 50 mL 无羰基的甲醇的 100 mL 容量瓶中, 用无羰基的甲醇稀释至刻度, 充分混匀。量取 20.00 mL 此溶液, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用无羰基的甲醇稀释至刻度。临用前制备。
13	糠醛(C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub> )	1	称取 1.000 g 新蒸馏的糠醛, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 溶于水, 稀释至刻度。临用前制备。
14	二氧化硅(SiO <sub>2</sub> )	1	称取 1.000 g 二氧化硅, 置于铂坩埚中, 加 3.3 g 无水碳酸钠, 混匀。于 1 000℃ 加热至完全熔融, 冷却, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
15	二氧化碳(CO <sub>2</sub> )	0.1	称取 0.240 g 于 270℃~300℃ 灼烧至恒重的无水碳酸钠, 溶于无二氧化碳的水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用无二氧化碳的水稀释至刻度。
16	二硫化碳(CS <sub>2</sub> )	1	称取 0.500 g 二硫化碳, 溶于四氯化碳, 移入 500 mL 容量瓶中, 用四氯化碳稀释至刻度。临用前制备。
17	六氰合铁(II)酸盐[Fe(CN) <sub>6</sub> ]	0.1	称取 0.199 g 六氰合铁(II)酸钾{K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ]·3H <sub>2</sub> O}, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。临用前制备。
18	六氟合硅酸盐(SiF <sub>6</sub> )	0.1	<p>称取 <i>m</i> g 六氟合硅酸, 精确至 0.001 g, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。</p> <p>六氟合硅酸的称取质量 <i>m</i>, 数值以克(g)表示, 按式(3)计算:</p> $m = \frac{1.0141 \times 0.100}{w} \dots\dots\dots (3)$ <p>式中:</p> <p><i>w</i> ——六氟合硅酸的实测质量分数, 以%表示。</p> <p>制备前按本标准附录 A 中 A.2 规定的方法测定六氟合硅酸的质量分数。</p>
19	亚硝酸盐(NO <sub>2</sub> )	0.1	称取 0.150 g 亚硝酸钠, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。临用前制备。

表 1(续)

序号	名称	浓度/ (mg/mL)	制 备 方 法
20	过氧化氢(H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	1	<p>称取 <math>m</math> g 30%过氧化氢,精确至 0.001 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。</p> <p>30%过氧化氢的称取质量 <math>m</math>,数值以克(g)表示,按式(4)计算:</p> $m = \frac{1.000}{w} \dots\dots\dots(4)$ <p>式中:  <math>w</math>——30%过氧化氢的实测质量分数,以%表示。            制备前按 GB/T 6684—2002 的规定测定 30%过氧化氢的质量分数。</p>
21	氟化物(F)	0.1	称取 0.221 g 氟化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
22	硅酸盐(SiO <sub>3</sub> )	1	称取 0.790 g 二氧化硅,置于铂坩埚中,加 2.6 g 无水碳酸钠,混匀。于 1 000℃ 加热至完全熔融,冷却,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
23	铬酸盐(CrO <sub>4</sub> )	0.1	称取 0.167 g 于 105℃~110℃ 干燥 1 h 的铬酸钾,溶于含有一滴氢氧化钠溶液(100 g/L)的少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
24	铵(NH <sub>4</sub> )	0.1	称取 0.297 g 于 105℃~110℃ 干燥至恒重的氯化铵,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
25	硫化物(S)	0.1	称取 0.749 g 硫化钠(Na <sub>2</sub> S·9H <sub>2</sub> O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。
26	硫代硫酸盐(S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0.1	称取 0.221 g 硫代硫酸钠(Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O),溶于新煮沸并冷却的水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用同样的水稀释至刻度。
27	硫氰酸盐(SCN)	0.1	称取 0.131 g 硫氰酸铵,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
28	硫酸盐(SO <sub>4</sub> )	0.1	<p>方法 1:称取 0.148 g 于 105℃~110℃ 干燥至恒重的无水硫酸钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。</p> <p>方法 2:称取 0.181 g 硫酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。</p>
29	硝酸盐(NO <sub>3</sub> )	0.1	<p>方法 1:称取 0.163 g 于 120℃~130℃ 干燥至恒重的硝酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。</p> <p>方法 2:称取 0.137 g 硝酸钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。</p>

表 1(续)

序号	名称	浓度/ (mg/mL)	制 备 方 法
30	氯化物(Cl)	0.1	称取 0.165 g 于 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
31	氯酸盐(ClO <sub>3</sub> )	0.1	称取 0.147 g 氯酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
32	碘化物(I)	0.1	称取 0.131 g 碘化钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
33	碘酸盐(IO <sub>3</sub> )	0.1	称取 0.122 g 碘酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
34	溴化物(Br)	0.1	称取 0.149 g 溴化钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
35	溴酸盐(BrO <sub>3</sub> )	0.1	称取 0.131 g 溴酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
36	碳酸盐(CO <sub>3</sub> )	0.1	称取 0.177 g 于 270℃~300℃灼烧至恒重的无水碳酸钠,溶于无二氧化碳的水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度。
37	磷酸盐(PO <sub>4</sub> )	0.1	称取 0.143 g 磷酸二氢钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
38	铍(Be)	1	称取 1.966 g 硫酸铍(BeSO <sub>4</sub> ·4H <sub>2</sub> O),溶于水,加 1 mL 硫酸,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
39	硼(B)	0.1	称取 0.572 g 硼酸,加 100 mL 水,温热溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
40	碳(C)	1	称取 8.826 g 于 270℃~300℃灼烧至恒重的无水碳酸钠,溶于无二氧化碳的水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度。
41	氮(N)	0.1	方法 1:称取 0.382 g 于 100℃~105℃干燥至恒重的氯化铵,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.607 g 硝酸钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
42	钠(Na)	0.1	称取 0.254 g 于 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。

表 1(续)

序号	名称	浓度/ (mg/mL)	制 备 方 法
43	镁(Mg)	0.1	方法 1:称取 0.166 g 于 800℃±50℃灼烧至恒重的氧化镁,溶于 2.5 mL 盐酸及少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 1.014 g 硫酸镁(MgSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
44	铝(Al)	0.1	称取 1.759 g 硫酸铝钾[KAl(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ·12H <sub>2</sub> O],溶于水,加 10 mL 硫酸溶液(25%),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
45	硅(Si)	0.1	称取 0.214 g 二氧化硅,置于铂坩埚中,加 1 g 无水碳酸钠,混匀。于 1 000℃加热至完全熔融,冷却,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中。
46	磷(P)	0.1	称取 0.439 g 磷酸二氢钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
47	硫(S)	0.1	称取 0.544 g 硫酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
48	氯(Cl)	0.1	称取约 4 g 氯胺 T(C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> ClNNaO <sub>2</sub> S·3H <sub>2</sub> O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度(溶液 I)。量取 V mL 溶液 I,精确至 0.01 mL,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用前制备。 溶液 I 的量取体积 V,数值以毫升(mL)表示,按式(5)计算: $V = \frac{0.100}{\rho} \dots\dots\dots(5)$ 式中: $\rho$ ——溶液 I 含有氯的浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL)。 制备前应按附录 A 中 A3 规定的方法测定溶液 I 中氯的浓度( $\rho$ )。
49	钾(K)	0.1	方法 1:称取 0.191 g 于 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.259 g 于 120℃~130℃干燥至恒重的硝酸钾,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
50	钙(Ca)	0.1	方法 1:称取 0.250 g 于 105℃~110℃干燥至恒重的碳酸钙,溶于 10 mL 盐酸溶液(10%),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.367 g 氯化钙(CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
51	钛(Ti)	1	称取 0.167 g 二氧化钛,加 5 g 硫酸铵,加 10 mL 硫酸,加热溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。



表 1(续)

序号	名称	浓度/ (mg/mL)	制 备 方 法
52	钒(V)	1	称取 0.230 g 偏钒酸铵, 溶于水(必要时温热溶解), 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
53	铬(Cr)	0.1	方法 1: 称取 0.373 g 于 105℃~110℃干燥 1 h 的铬酸钾, 溶于含有一滴氢氧化钠溶液(100 g/L)的少量水中, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。 方法 2: 称取 0.283 g 重铬酸钾, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
54	锰(Mn)	0.1	方法 1: 称取 0.275 g 于 400℃~500℃灼烧至恒重的无水硫酸锰, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。 方法 2: 称取 0.308 g 硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
55	铁(Fe)	0.1	称取 0.864 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ , 溶于水, 加 10 mL 硫酸溶液(25%), 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
56	亚铁[Fe(II)]	0.1	称取 0.702 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , 溶于含有 0.5 mL 硫酸的水中, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。临用前制备。
57	钴(Co)	1	称取 2.630 g 无水硫酸钴[用硫酸钴( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )于 500℃~550℃灼烧至恒重], 加 150 mL 水, 加热至溶解, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
58	镍(Ni)	0.1	方法 1: 称取 0.673 g 硫酸镍铵 $[\text{NiSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ , 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。 方法 2: 称取 0.448 g 硫酸镍( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
59	铜(Cu)	0.1	称取 0.393 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
60	锌(Zn)	0.1	方法 1: 称取 0.125 g 氧化锌, 溶于 100 mL 水及 1 mL 硫酸中, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。 方法 2: 称取 0.440 g 硫酸锌( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。
61	镓(Ga)	1	称取 0.134 g 三氧化二镓, 溶于 5 mL 硫酸, 小心地用水稀释, 冷却, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

表 1(续)

序号	名称	浓度/ (mg/mL)	制 备 方 法
62	锗(Ge)	0.1	称取 0.100 g 锗,加热溶于 3 mL~5 mL 30%过氧化氢中,逐滴加入氨水至白色沉淀溶解,用硫酸溶液(20%)中和并过量 0.5 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
63	砷(As)	0.1	称取 0.132 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷,温热溶于 1.2 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
64	硒(Se)	0.1	称取 0.141 g 二氧化硒,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
65	锶(Sr)	0.1	称取 0.304 g 氯化锶( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
66	锆(Zr)	0.1	称取 0.353 g 氧氯化锆( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ),加 30 mL~40 mL 盐酸溶液(10%)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(10%)稀释至刻度。
67	铌(Nb)	0.1	称取 0.143 g 经乳钵研细的五氧化二铌和 4 g 粉末状的焦硫酸钾,二者分层放入石英坩埚中,于 600℃ 加热熔融,冷却,加 20 mL 酒石酸溶液(150 g/L),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
68	钼(Mo)	0.1	称取 0.184 g 钼酸铵[( $\text{NH}_4$ ) <sub>2</sub> Mo <sub>7</sub> O <sub>24</sub> ·4H <sub>2</sub> O],溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
69	钯(Pd)	1	称取 1.666 g 于 105℃~110℃ 干燥 1 h 的氯化钯,加 30 mL 盐酸溶液(20%)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
70	银(Ag)	0.1	称取 0.158 g 硝酸银,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。贮存于棕色瓶中。
71	镉(Cd)	0.1	称取 0.203 g 氯化镉( $\text{CdCl}_2 \cdot \frac{5}{2}\text{H}_2\text{O}$ ),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
72	铟(In)	1	称取 0.100 g 铟,加 15 mL 盐酸溶液(20%),加热溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
73	锡(Sn)	0.1	称取 0.100 g 锡,溶于盐酸溶液(20%),移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(20%)稀释至刻度。 量取 10.00 mL 上述溶液,注入 100 mL 容量瓶中,加 15 mL 盐酸溶液(20%),稀释至刻度。临用前制备。
74	锑(Sb)	0.1	称取 0.274 g 酒石酸锑钾( $\text{C}_4\text{H}_4\text{KO}_7\text{Sb} \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ ),溶于盐酸溶液(10%),移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(10%)稀释至刻度。

表 1(续)

序号	名称	浓度/ (mg/mL)	制 备 方 法
75	碲(Te)	1	称取 1.000 g 碲,加 20 mL~30 mL 盐酸及数滴硝酸,温热溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(10%)稀释至刻度。
76	钡(Ba)	0.1	称取 0.178 g 氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
77	钨(W)	1	称取 1.262 g 于 105℃~110℃干燥 1 h 的三氧化钨(可用钨酸铵在 400℃~500℃灼烧 20 min 分解后生成的三氧化钨制备),加 30 mL~40 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
78	铂(Pt)	1	称取 0.249 g 氯铂酸钾,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
79	金(Au)	1	称取 0.100 g 金,加 10 mL 盐酸、5 mL 硝酸溶解,在水浴上蒸发近干,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
80	汞(Hg)	0.1	方法 1:称取 0.135 g 氯化汞,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.162 g 硝酸汞,用 10 mL 硝酸溶液(1+9)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
81	铊(Tl)	0.1	称取 0.118 g 氯化亚铊,溶于 5 mL 硫酸中,小心地用水稀释,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
82	铅(Pb)	0.1	称取 0.160 g 硝酸铅,用 10 mL 硝酸溶液(1+9)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
83	铋(Bi)	0.1	方法 1:称取 0.232 g 硝酸铋[ $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ],用 10 mL 硝酸溶液(25%)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。 方法 2:称取 0.100 g 铋,溶于 6 mL 硝酸中,煮沸除去氮的氧化物气体,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
84	氨基三乙酸[ $\text{N}(\text{COOH})_3$ ]	1	称取 1.000 g 氨基三乙酸,加 50 mL 水,在摇动下滴加氢氧化钠溶液(200 g/L)至氨基三乙酸完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
85	硝基苯( $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$ )	1	称取 1.000 g 硝基苯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度。

附录 A  
(规范性附录)

乙醛(40%)、六氟合硅酸的质量分数及溶液 I (氯)浓度的测定

A.1 乙醛(40%)质量分数的测定

将 50.00 mL 氯化羟胺(盐酸羟胺)溶液(140 g/L)注入具塞锥形瓶中,称量,加入 1.5 mL 乙醛(40%),放置 30 min,再称量,两次称量均精确至 0.000 1 g,加 30 mL 水,加 10 滴溴酚蓝指示液(0.4 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 滴定。同时做空白试验。

乙醛(40%)的质量分数  $w$ ,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

- $V_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_2$ ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $M$ ——乙醛的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $[M(\text{CH}_3\text{CHO})=44.05]$ ;
- $m$ ——称取乙醛(40%)质量的准确数值,单位为克(g)。

A.2 六氟合硅酸质量分数的测定

称取 3 g 六氟合硅酸,精确至 0.000 1 g。置于聚乙烯杯中,加 100 mL 水,10 mL 饱和氯化钾溶液及 3 滴酚酞指示液(10 g/L),冷却至 0℃,用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈粉红色,保持 15 s( $V_1$ )。加热至约 80℃,继续用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈稳定的粉红色( $V_2$ )。

六氟合硅酸的质量分数  $w$ ,数值以%表示,按式(A.2)计算:

$$w = \frac{(V_2 - V_1)cM}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中:

- $V_2$ ——滴定至第二终点时氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_1$ ——滴定至第一终点时氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $M$ ——六氟合硅酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $[M(1/4\text{H}_2\text{SiF}_6)=36.02]$ ;
- $m$ ——称取六氟合硅酸质量的准确数值,单位为克(g)。

A.3 溶液 I (氯)浓度的测定

量取 5.00 mL 溶液 I (见表 1 中 48),注入碘量瓶中,加 100 mL 水,2 g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(10%),在暗处放置 10 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时,加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

溶液 I (氯)的浓度  $\rho$ ,数值以克每毫升(g/mL)表示,按式(A.3)计算:

$$\rho = \frac{VcM}{5 \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots(\text{A.3})$$

式中：

$V$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

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

$M$ ——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(\text{Cl}) = 35.45$ ]。

---