ICS 71.040.30;71.040.40
CCS G 60

中华人民共和国国家标准

GB/T 602—2026
代替 GB/T 602—2002

化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备

Chemical reagent—Preparations of standard solutions for impurity

2026-02-27 发布　　2026-09-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 602—2002《化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备》，与GB/T 602—2002相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 增加了试剂的称量精度要求（见4.1）；

b) 增加了杂质测定用标准溶液贮存容器的要求（见4.5）；

c) 更改了保存温度和保存期（见4.6，2002年版的3.3）；

d) 增加了乙酸盐、碘化物、溴化物的制备方法（见表1中的2、36、38）；

e) 增加了碳（有机碳）、重铬酸盐、氰化物、锂、钪、铷、钇、铯、镧、铈10种标准溶液及制备方法（见表1中13、25、33、43、57、72、74、85、87、88）；

f) 更改了二氧化硅、六氟合硅酸盐、硅酸盐、硅、镓的制备方法（见表1中17、21、26、51、68，2002年版的表1中14、18、22、45、61）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC 63）归口。

本文件起草单位：广东光华科技股份有限公司、北京化学试剂研究所有限责任公司、上海安谱璀世标准技术服务有限公司、北京华腾检测认证有限公司、天津先德科技有限责任公司、江西吉翔医药化工有限公司。

本文件主要起草人：周一朗、张建锋、林炯、王身连、赵季飞、王玉华、黄新梅、林畅柔、廖华娜、严晨斌、赵源、巨荣玲、杨沛杰、韩丽瑾、程小霞。

本文件及其所代替的文件的历次版本发布情况为：

——1965年首次发布为GB/T 602—1965，1977年第一次修订，1988年第二次修订，2002年第三次修订；

——本次为第四次修订。

化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备

1　范围

本文件描述了化学试剂杂质测定用标准溶液的制备方法。

本文件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。其他领域参考选用。

2　规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601　化学试剂　标准滴定溶液的制备

GB/T 603　化学试剂　试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 685—2013　化学试剂　甲醛溶液

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6684—2002　化学试剂　30%过氧化氢

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　一般规定

4.1　本文件除另有规定外,所用试剂均为分析纯及以上级别,配制标准溶液的主要试剂按指定值±0.000 4 g 精确称取,其他试剂按精确至 0.01 g 称取或 0.1 mL 量取,所用标准滴定溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

4.2　本文件中所用溶液以百分数“%”表示的均为质量分数。

4.3　杂质测定用标准溶液的量取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。

4.4　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,增加的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。

4.5　除另有规定外,杂质测定用标准溶液的贮存容器应使用干燥洁净的高密度聚乙烯瓶或硼硅玻璃瓶。贮存容器的验收和清洗宜参考附录 A。

4.6　除另有规定外,杂质测定用标准溶液,在常温(15 ℃～26 ℃)下,密封贮存的保存期一般为 3 个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

5 制备方法

警告：本制备方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，一些试验过程可能导致危险情况，操作者有责任采取适当的安全和健康措施。

杂质测定用标准溶液的制备方法应符合表1的规定。

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[$(CH_3CO)_2O$]	1	称取0.100 g(约0.092 mL)乙酸酐，置于干燥的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_3COO)	10	方法1：称取23.050 g三水合乙酸钠，溶于水，移入1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度。 方法2：称取13.894 g无水乙酸钠，溶于水，移入1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度
3	乙醛(CH_3CHO)	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，以克(g)表示，按式(1)计算： $$m=\frac{1.000}{w} \quad \cdots\cdots(1)$$ 式中： w——乙醛(40%)的实测质量分数，以“%”表示。 制备前应按附录B中B.1的方法测定乙醛(40%)的质量分数
4	水杨酸(HOC_6H_4COOH)	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。保存期2个月
5	丙酮(CH_3COCH_3)	1	称取1.000 g(约1.266 mL)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_3OH)	1	称取1.000 g(约1.263 mL)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，以克(g)表示，按式(2)计算： $$m=\frac{1.000}{w} \quad \cdots\cdots(2)$$ 式中： w——甲醛溶液的实测质量分数，以“%”表示。 制备前应按GB/T 685—2013中5.2的规定测定甲醛溶液的质量分数

表 1　杂质测定用标准溶液的制备方法（续）

序号	名称	浓度 mg/mL	制备方法
8	苯酚(C_6H_5OH)	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
9	草酸盐(C_2O_4)	0.1	称取 0.143 g 二水合草酸，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月
10	氨基三乙酸[$N(CH_2COOH)_3$]	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。保存期 2 个月
11	葡萄糖($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$)	1	称取 1.000 g 一水合葡萄糖，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月
12	硝基苯($C_6H_5NO_2$)	1	称取 1.000 g 硝基苯，置于干燥的 1 000 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度。保存期 2 个月
13	碳(有机碳，C)	1	称取 2.125 g 于 105 ℃～110 ℃干燥至恒量的邻苯二甲酸氢钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
14	缩二脲($NH_2CONHCONH_2$)	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
15	羰基化合物(CO)	1	称取 10.37 g(约 13.13 mL)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
16	糠醛($C_5H_4O_2$)	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
17	二氧化硅(SiO_2)	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 950 ℃±50 ℃加热至完全熔融，冷却，用 GB/T 6682 中的二级水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用二级水稀释至刻度。贮存于高密度聚乙烯瓶中
18	二氧化碳(CO_2)	0.1	称取 0.240 g 于 270 ℃～300 ℃灼烧至恒量的无水碳酸钠，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。临用前制备
19	二硫化碳(CS_2)	1	称取 0.500 g 二硫化碳，溶于四氯化碳，移入干燥的 500 mL 容量瓶中，用四氯化碳稀释至刻度。临用前制备
20	过氧化氢(H_2O_2)	1	称取 m 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。 30%过氧化氢的称取质量 m，以克(g)表示，按式(3)计算： $$m = \frac{1.000}{w} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (3)$$ 式中： w——30%过氧化氢的实测质量分数，以“%”表示。 制备前应按 GB/T 6684—2002 中 5.1 的规定测定 30%过氧化氢的质量分数

表 1　杂质测定用标准溶液的制备方法（续）

序号	名称	浓度 mg/mL	制备方法
21	六氟合硅酸盐(SiF_6)	0.1	称取 m g 六氟合硅酸，精确至 0.001 g，用 GB/T 6682 中的二级水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用二级水稀释至刻度。贮存于高密度聚乙烯瓶中。保存期 2 个月。 六氟合硅酸的称取质量 m，以克(g)表示，按式(4)计算： $$m = \frac{1.014\ 1 \times 0.100}{w} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (4)$$ 式中： w——六氟合硅酸的实测质量分数，以“%”表示。 制备前应按 B.2 规定的方法测定六氟合硅酸的质量分数
22	六氰合铁(Ⅱ)酸盐[$Fe(CN)_6$]	0.1	称取 0.199 g 三水合六氰铁(Ⅱ)酸钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备
23	亚硝酸盐(NO_2)	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。保存期 1 个月
24	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。贮存于高密度聚乙烯瓶中
25	重铬酸盐(Cr_2O_7)	0.1	称取 0.136 g 重铬酸钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
26	硅酸盐(SiO_3)	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 950 ℃±50 ℃加热至完全熔融，冷却，用 GB/T 6682 中的二级水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用二级水稀释至刻度。贮存于高密度聚乙烯瓶中
27	铬酸盐(CrO_4)	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
28	硝酸盐(NO_3)	0.1	方法 1：称取 0.163 g 于 120 ℃～130 ℃干燥至恒量的硝酸钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。 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
29	硫化物(S)	0.1	称取 0.749 g 九水合硫化钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。临用前制备
30	硫代硫酸盐(S_2O_3)	0.1	称取 0.221 g 五水合硫代硫酸钠，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。冷藏保存期一周
31	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
32	硫酸盐(SO_4)	0.1	方法 1：称取 0.148 g 于 105 ℃～110 ℃干燥至恒量的无水硫酸钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。 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

表 1　杂质测定用标准溶液的制备方法（续）

序号	名称	浓度 mg/mL	制备方法
33	氰化物(CN)	1	方法 1：称取 0.188 g 氰化钠，溶于氢氧化钠溶液(0.1 mol/L)中，移入 100 mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液(0.1 mol/L)稀释至刻度。贮存于棕色高密度聚乙烯瓶中，临用前制备。 方法 2：称取 0.250 g 氰化钾，溶于氢氧化钠溶液(0.1 mol/L)中，移入 100 mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液(0.1 mol/L)稀释至刻度。贮存于棕色高密度聚乙烯瓶中，临用前制备
34	氯化物(Cl)	0.1	称取 0.165 g 于 500 ℃～600 ℃灼烧至恒量的氯化钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
35	氯酸盐(ClO_3)	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
36	碘化物(I)	1	称取 1.308 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
		0.1	量取 10.00 mL 上述溶液，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。避光贮存于棕色瓶中
37	碘酸盐(IO_3)	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。避光贮存于棕色瓶中
38	溴化物(Br)	1	称取 1.489 g 溴化钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。避光贮存于棕色瓶中
		0.1	量取 10.00 mL 上述溶液，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。避光贮存于棕色瓶中
39	溴酸盐(BrO_3)	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。避光贮存于棕色瓶中
40	碳酸盐(CO_3)	0.1	称取 0.177 g 于 270 ℃～300 ℃灼烧至恒量的无水碳酸钠，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。临用前制备
41	磷酸盐(PO_4)	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
42	铵(NH_4)	0.1	称取 0.297 g 于 105 ℃～110 ℃干燥至恒量的氯化铵，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
43	锂(Li)	1	称取 0.532 g 碳酸锂，置于烧杯中，加 5 mL 水润湿，盖上表面皿，慢慢滴加 10 mL 硝酸溶液(25%)，低温加热至全部溶解，煮沸除去二氧化碳，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度
44	铍(Be)	1	称取 1.966 g 四水合硫酸铍，溶于水，加 5 mL 硫酸溶液(20%)，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月
45	硼(B)	0.1	称取 0.572 g 硼酸，加 100 mL 水，温热溶解，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度

表 1　杂质测定用标准溶液的制备方法（续）

序号	名称	浓度 mg/mL	制备方法
46	碳(无机碳,C)	1	称取 8.826 g 于 270 ℃～300 ℃灼烧至恒量的无水碳酸钠，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。保存期 2 个月
47	氮(N)	0.1	方法 1：称取 0.382 g 于 105 ℃～110 ℃干燥至恒量的氯化铵，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
48	钠(Na)	0.1	称取 0.254 g 于 500 ℃～600 ℃灼烧至恒量的氯化钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。贮存于高密度聚乙烯瓶中
49	镁(Mg)	0.1	方法 1：称取 0.166 g 于 800 ℃±50 ℃灼烧至恒量的氧化镁，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 七水合硫酸镁，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
50	铝(Al)	0.1	称取 1.759 g 十二水合硫酸铝钾，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。保存期 2 个月
51	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 950 ℃±50 ℃加热至完全熔融，冷却，用 GB/T 6682 中的二级水溶解移入 1 000 mL 容量瓶中，用二级水稀释至刻度。贮存于高密度聚乙烯瓶中
52	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
53	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
54	氯(Cl)	0.1	称取约 4 g 三水合氯胺 T，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，以毫升(mL)表示，按式(5)计算： $$V=\frac{0.100}{\rho} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(5)$$ 式中： ρ——溶液Ⅰ中氯的质量浓度，单位为克每毫升(g/mL)。 制备前应按 B.3 的规定测定溶液Ⅰ中氯的质量浓度(ρ)
55	钾(K)	0.1	方法 1：称取 0.191 g 于 500 ℃～600 ℃灼烧至恒量的氯化钾，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 ℃干燥至恒量的硝酸钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度

表 1　杂质测定用标准溶液的制备方法（续）

序号	名称	浓度 mg/mL	制备方法
56	钙(Ca)	0.1	方法 1：称取 0.250 g 于 105 ℃～110 ℃干燥至恒量的碳酸钙，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 二水合氯化钙，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
57	钪(Sc)	1	称取 0.153 g 预先在 800 ℃±50 ℃灼烧 1 h 的三氧化二钪，置于烧杯中，加少量水湿润，加 20 mL 盐酸溶液(20%)，盖上表面皿，温热溶解，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度
58	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。保存期 2 个月
59	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。保存期 2 个月
60	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
61	锰(Mn)	0.1	方法 1：称取 0.275 g 于 400 ℃～500 ℃灼烧至恒量的无水硫酸锰，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 一水合硫酸锰，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
62	铁(Fe)	0.1	称取 0.864 g 十二水合硫酸铁(Ⅲ)铵，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
63	亚铁[Fe(Ⅱ)]	0.1	称取 0.702 g 六水合硫酸铁(Ⅱ)铵，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
64	钴(Co)	1	称取 2.630 g 无水硫酸钴(七水合硫酸钴先在低温干燥，再于 500 ℃～550 ℃灼烧至恒量)，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。保存期 2 个月
65	镍(Ni)	0.1	方法 1：称取 0.673 g 六水合硫酸镍铵，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月。 方法 2：称取 0.448 g 六水合硫酸镍，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月
66	铜(Cu)	0.1	称取 0.393 g 五水合硫酸铜，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度

表 1　杂质测定用标准溶液的制备方法（续）

序号	名称	浓度 mg/mL	制备方法
67	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，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。 方法 2：称取 0.440 g 七水合硫酸锌，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
68	镓(Ga)	1	称取 0.134 g 三氧化二镓，置于烧杯中，加 20 mL 盐酸溶液(20%)，盖上表面皿，在水浴上加热至溶解，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月
69	锗(Ge)	0.1	称取 0.100 g 锗，加少量水湿润，加 3 mL～5 mL 30%过氧化氢，缓缓加热，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，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月
70	砷(As)	0.1	称取 0.132 g 于硫酸干燥器中干燥至恒量的三氧化二砷，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。保存期 2 个月
71	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。保存期 2 个月
72	铷(Rb)	1	称取 0.141 g 氯化铷，溶于水，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度
73	锶(Sr)	0.1	称取 0.304 g 六水合氯化锶，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
74	钇(Y)	1	称取 0.127 g 于 800 ℃±50 ℃灼烧至恒量的三氧化二钇，置于烧杯中，加少量水湿润，加 20 mL 硝酸溶液(25%)，低温加热至溶解，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度
75	锆(Zr)	0.1	称取 0.353 g 八水合氧氯化锆，加 30 mL～50 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。保存期 2 个月
76	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。保存期 2 个月
77	钼(Mo)	0.1	称取 0.184 g 四水合钼酸铵，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月
78	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。保存期 2 个月
79	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。避光贮存。保存期 2 个月

表 1　杂质测定用标准溶液的制备方法（续）

序号	名称	浓度 mg/mL	制备方法
80	镉(Cd)	0.1	称取 0.203 g 氯化镉($CdCl_2 \cdot \frac{5}{2}H_2O$)，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。保存期 2 个月
81	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。保存期 2 个月
82	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，移入 100 mL 容量瓶中，加 15 mL 盐酸溶液(20%)，稀释至刻度。临用前制备
83	锑(Sb)	0.1	称取 0.274 g 半水合酒石酸锑钾，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。保存期 2 个月
84	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，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(10%)稀释至刻度。保存期 2 个月
85	铯(Cs)	1	称取 0.127 g 预先在 105 ℃～110 ℃干燥 2 h 的氯化铯，溶于水，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度
86	钡(Ba)	0.1	称取 0.178 g 二水合氯化钡，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度
87	镧(La)	1	称取 0.117 g 于 800 ℃±50 ℃灼烧至恒量的三氧化二镧，置于烧杯中，加少量水湿润，加 20 mL 盐酸溶液(20%)，低温加热至溶解，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度
88	铈(Ce)	1	称取 0.123 g 于 800 ℃±50 ℃灼烧至恒量的二氧化铈，置于烧杯中，加少量水湿润，加 30 mL 硝酸溶液(25%)，缓慢加入 6 mL 30%过氧化氢，盖上表面皿，低温加热至溶解，继续加热至过氧化氢分解，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度
89	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。贮存于高密度聚乙烯瓶中，保存期 2 个月
90	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。保存期 2 个月
91	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。保存期 2 个月

表 1　杂质测定用标准溶液的制备方法（续）

序号	名称	浓度 mg/mL	制备方法
92	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。保存期 2 个月。 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。保存期 2 个月
93	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。保存期 2 个月
94	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。保存期 2 个月
95	铋(Bi)	0.1	方法 1:称取 0.232 g 五水合硝酸铋,用 10 mL 硝酸溶液(25%)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。保存期 2 个月。 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。保存期 2 个月

附 录 A
（资料性）
贮存容器的验收和清洗

A.1 贮存容器的验收

A.1.1 外观检查

贮存容器根据表 A.1 的规定进行检查。

表 A.1 贮存容器的外观检查

项目	高密度聚乙烯瓶	硼硅玻璃瓶
整体	内外壁平整光滑，不刮手，无明显的擦痕、凹陷、气泡、破损等缺陷	玻璃瓶光洁透明，无破碎、裂纹、橘皮纹等熔体缺陷，无穿透型气泡
颜色	颜色均匀，无色差、色斑等缺陷	颜色均匀一致
合模线	合模线平整，无明显凸起、双合模线错位及尖锐毛刺等缺陷	合模线平整，无明显凸起、双合模线错位及尖锐毛刺等缺陷
厚度	厚度均匀，无表面皱皮、发黑、严重裂纹等塑化不良现象。壁厚最薄处不小于 0.5 mm	瓶身厚薄均匀。同一个瓶子的瓶底，其最厚度不大于最薄处的一倍
口盖配套	瓶口平整无崩缺，削面高度一致。瓶口与瓶盖及垫片或内塞配合紧密流畅，配套适宜	瓶口平整无崩缺，无气泡。无瓶口歪斜。瓶口与瓶盖及垫片或内塞配合紧密流畅，配套适宜
气味	瓶内无有塑料以外的特殊气味	无异味
洁净度	瓶内外洁净，无难以擦除的污渍	瓶内外洁净，无难以擦除的污渍

A.1.2 密封性检查

于瓶中装入约 80%容积的水，盖上瓶盖，称量。倒立放置 7 d，无可见的渗出液，称量，减重不超过 0.1%。

A.2 贮存容器的清洗

用水冲洗瓶子内外及瓶盖至无明显污渍。再装入 30%～50%容积的水，盖上瓶盖，反复振荡 10 s，振荡清洗次数不少于 3 次。最后再装入 60%～80%容积的水，冲洗 1 次～2 次。

清洗好的瓶子和瓶盖，放置于洁净区，风干待用。

用于盛装有机杂质标准溶液的玻璃瓶，置于 80 ℃电热恒温鼓风干燥箱中烘 2 h，去除有机溶剂残留。

附 录 B
（规范性）
乙醛(40%)、六氟合硅酸的质量分数及溶液Ⅰ(氯)浓度的测定

B.1 乙醛(40%)质量分数的测定

量取 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%)，立即盖紧塞子，不时摇动，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(NaOH)=1 mol/L]滴定至溶液呈蓝色。同时做空白试验。

乙醛(40%)的质量分数 w，按式(B.1)计算：

$$w=\frac{(V_1-V_2)cM}{m\times 1\,000}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(\text{B.1})$$

式中：

V_1——样品消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M——乙醛的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(CH_3CHO)$=44.05 g/mol]；

m ——称取乙醛(40%)的质量，单位为克(g)。

B.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(NaOH)=1 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(NaOH)=1 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，按式(B.2)计算：

$$w=\frac{(V_2-V_1)cM}{m\times 1\,000}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(\text{B.2})$$

式中：

V_2——滴定至第二终点时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_1——滴定至第一终点时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M——六氟合硅酸的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(1/4H_2SiF_6)$=36.02 g/mol]；

m ——称取六氟合硅酸的质量，单位为克(g)。

B.3 溶液Ⅰ(氯)浓度的测定

量取 5.00 mL 溶液Ⅰ(见表 1 中序号 54)，注入碘量瓶中，加 100 mL 水，2 g 碘化钾及 5 mL 盐酸溶液(10%)，立即加盖水封后摇匀，于暗处放置 10 min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)$=0.1 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)的质量浓度 ρ，以克每毫升(g/mL)表示，按式(B.3)计算：

$$\rho=\frac{VcM}{5\times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(\text{B.3})$$

式中：

V ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——氯的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)[M(Cl)＝35.45 g/mol]。

索　引

A

氨基三乙酸 …… 序号 10
铵 …… 序号 42

B

钯 …… 序号 78
钡 …… 序号 86
苯酚 …… 序号 8
铋 …… 序号 95
丙酮 …… 序号 5
铂 …… 序号 90

C

草酸盐 …… 序号 9
重铬酸盐 …… 序号 25

D

氮 …… 序号 47
碲 …… 序号 84
碘化物 …… 序号 36
碘酸盐 …… 序号 37

E

二硫化碳 …… 序号 19
二氧化硅 …… 序号 17
二氧化碳 …… 序号 18

F

钒 …… 序号 59
氟化物 …… 序号 24

G

钙 …… 序号 56
锆 …… 序号 75
镉 …… 序号 80
铬 …… 序号 60
铬酸盐 …… 序号 27
汞 …… 序号 92
钴 …… 序号 64

硅 …… 序号 51
硅酸盐 …… 序号 26
过氧化氢 …… 序号 20

J

镓 …… 序号 68
甲醇 …… 序号 6
甲醛 …… 序号 7
钾 …… 序号 55
金 …… 序号 91

K

糠醛 …… 序号 16
钪 …… 序号 57

L

镧 …… 序号 87
锂 …… 序号 43
磷 …… 序号 52
磷酸盐 …… 序号 41
硫 …… 序号 53
硫代硫酸盐 …… 序号 30
硫化物 …… 序号 29
硫氰酸盐 …… 序号 31
硫酸盐 …… 序号 32
六氟合硅酸盐 …… 序号 21
六氰合铁(Ⅱ)酸盐 …… 序号 22
铝 …… 序号 50
氯 …… 序号 54
氯化物 …… 序号 34
氯酸盐 …… 序号 35

M

镁 …… 序号 49
锰 …… 序号 61
钼 …… 序号 77

N

钠 …… 序号 48
铌 …… 序号 76
镍 …… 序号 65

P

硼 …… 序号 45

铍 …… 序号 44
葡萄糖 …… 序号 11

Q

铅 …… 序号 94
氰化物 …… 序号 33

R

铷 …… 序号 72

S

铯 …… 序号 85
砷 …… 序号 70
铈 …… 序号 88
水杨酸 …… 序号 4
锶 …… 序号 73
缩二脲 …… 序号 14

T

铊 …… 序号 93
钛 …… 序号 58
碳(无机碳) …… 序号 46
碳(有机碳) …… 序号 13
碳酸盐 …… 序号 40
羰基化合物 …… 序号 15
锑 …… 序号 83
铁 …… 序号 62
铜 …… 序号 66

W

钨 …… 序号 89

X

硒 …… 序号 71
锡 …… 序号 82
硝基苯 …… 序号 12
硝酸盐 …… 序号 28
锌 …… 序号 67
溴化物 …… 序号 38
溴酸盐 …… 序号 39

Y

亚铁 …… 序号 63

亚硝酸盐 …… 序号 23
乙醛 …… 序号 3
乙酸酐 …… 序号 1
乙酸盐 …… 序号 2
钇 …… 序号 74
铟 …… 序号 81
银 …… 序号 79

Z

锗 …… 序号 69