

ICS 71.060.01;71.060.99
G 10
备案号:10941~10943—2002

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3696.1~3696.3—2002

无机化工产品

化学分析用标准滴定溶液、杂质标准 溶液和制剂及制品的制备

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准是非等效采用 ISO 6353-1:1982《化学分析用试剂 第一部分:通用分析方法》制订而成。

本标准与 ISO 6353-1 的主要差异如下:

——由 47 种杂质标准溶液增加为 84 种。根据我国无机化工产品的实际情况,增加了钡、铂、碲、钒、锆、镉、锂、铈、铍、镓、金、锶、铈、铊、钨、硒、锡、钼、锗、亚铁、硼、碳、硅、铬酸盐、乙酸盐、二硫化碳、二氧化硅、二氧化碳、过氧化氢、酚、甲醇、丙酮、糠醛、葡萄糖、水杨酸、缩二脲、乙酸酐等 37 种杂质溶液。

——配制方法有一定差异,其中铵、砷、钙、铬、钠、碳酸盐、氯化物、六氟合硅酸盐与 ISO 6353-1 的配制方法不同。

——铁、镁、锰、铋、汞、镍、钾、钴、钛、锌、氮、硝酸盐、硫酸盐等杂质标准溶液等同采用了 ISO 6353-1 的方法,同时也并列了我国使用多年的另一种配制方法。

——铋、铂、钒、铬、镉、钴、铝、锰、钼、镍、铅、铜、锌、铁增加了使用高纯金属配制的方法。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会技术归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:姚锦娟、时洁。

本标准为首次发布。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.2—2002

Inorganic chemical products
Preparations of standard solutions for chemical analysis

1 范围

本标准规定了无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备方法。

本标准适用于制备容积内含有准确数量物质(元素、离子或分子)的溶液,应用于无机化工产品中杂质含量的测定,也可供其他化工产品选用。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

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

HG/T 3696.1—2002 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3—2002 无机化工产品 化学分析用制剂及制品的制备

3 一般规定

3.1 本标准所用水,在没有注明其他要求时,应符合 GB/T 6682 中规定的三级水以上。

3.2 本标准中所用试剂的纯度应在分析纯以上。使用易氧化金属前应进行表面处理。

3.3 杂质测定用标准溶液应用移液管量取,每次量取体积不得少于 1.00 mL。

3.4 杂质测定用标准溶液在常温(15~25℃)下保存期一般为十二个月,当出现混浊、沉淀或颜色有变化时,应重新制备。

3.5 本标准规定的杂质标准溶液的制备方法按汉语拼音顺序排列。

3.6 标准中制备贮备液的体积仅供参考,使用者可根据用量大小,适当调整制备体积,但最少不得少于 100 mL。

4 制备方法

4.1 以金属元素计的杂质标准溶液

除有特殊规定外,此杂质标准溶液(见表 1)制备后应贮存于适当的塑料瓶中。

表 1 以金属元素计的杂质标准溶液

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
铵(NH ₄)	称量 1.483 g 于 105~110℃干燥至恒重的氯化铵,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铵(NH ₄)1 mg

中华人民共和国国家经济贸易委员会 2002-09-28 批准

2003-06-01 实施

表 1(续)

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
钯(Pd)	称量 0.833 g 预先在 105~110℃ 干燥 1 h 的氯化钯,加 1+4 盐酸溶液 15 mL 溶解,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钯(Pd)1 mg
钡(Ba)	1. 称量 0.889 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.718 g 预先在 110℃ 干燥至恒重的碳酸钡,加 1+4 盐酸溶液溶解,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钡(Ba)1 mg
铋(Bi)	1. 称量 1.161 g 硝酸铋 [$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$],用 1+4 硝酸溶液 50 mL 溶解,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 金属铋,溶于 6 mL 硝酸中,煮沸除去三氧化二氮气体,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铋(Bi)1 mg
铂(Pt)	1. 称量 1.245 g 氯铂酸钾,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铂,溶于少量王水中,水浴上蒸发近干,加入 5 mL 盐酸,再在水浴上蒸发近干,加入 1+1 盐酸 20 mL 溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铂(Pt)1 mg
碲(Te)	称量 0.100 g 金属碲,加 20~30 mL 盐酸及数滴硝酸,温热溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用 1+1 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含碲(Te)1 mg
钒(V)	1. 称量 1.150 g 偏钒酸铵,溶于水(必要时可温热),移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 金属钒,溶于硝酸中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钒(V)1 mg
钙(Ca)	1. 称量 1.249 g 于 105~110℃ 干燥至恒重的碳酸钙,溶于 1+3 盐酸溶液 50 mL 中,煮沸除去二氧化碳,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 1.834 g 氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钙(Ca)1 mg
锆(Zr)	称量 1.766 g 氧氯化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$),加 1+3 盐酸溶液 150 mL 溶解,移入 500 mL 容量瓶中,用 1+3 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含锆(Zr)1 mg
镉(Cd)	1. 称量 1.016 g 氯化镉($\text{CdCl}_2 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属镉,溶于硝酸中,水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 5 mL,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸 20 mL 溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含镉(Cd)1 mg
铬(Cr)	1. 称量 1.867 g 预先于 105℃ 干燥 1 h 的铬酸钾,溶于含有 100 g/L 氢氧化钠溶液 1 滴的少量水中,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 1.414 g 预先于 120℃ 干燥 4 h 的重铬酸钾,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属铬,溶于盐酸中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铬(Cr)1 mg

表 1(续)

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
汞(Hg)	1. 称量 0.677 g 氯化汞,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.809 g 硝酸汞,用 1+9 硝酸 50 mL 溶解,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含汞(Hg)1 mg
钴(Co)	1. 称量 1.315 g 无水硫酸钴(用 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 在 500~550℃ 灼烧至恒重),加入 100 mL 水,加热至溶解,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 2.469 g 硝酸钴 $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属钴,溶于硝酸中,水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 5 mL,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸 20 mL 溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钴(Co)1 mg
镓(Ga)	称量 0.665 g 三氧化二镓,溶于 25 mL 硫酸,移入 500 mL 容量瓶中,小心稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含镓(Ga)1 mg
钾(K)	1. 称量 0.953 g 于 500~600℃ 灼烧至恒重的氯化钾,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 1.293 g 硝酸钾,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钾(K)1 mg
金(Au)	称量 0.100 g 高纯金属金,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,摇匀。	1 mL 溶液含金(Au)1 mg
锂(Li)	称量 2.661 g 碳酸锂,加 50 mL 水及 25 mL 盐酸溶解,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含锂(Li)1 mg
铝(Al)	1. 称量 8.797 g 硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加 1+3 硫酸溶液 50 mL,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铝,溶于盐酸中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铝(Al)1 mg
镁(Mg)	1. 称量 0.829 g 于 800℃ 灼烧至恒重的氧化镁,溶于 10 mL 盐酸及少量水中,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 5.070 g 硫酸镁 $(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含镁(Mg)1 mg
锰(Mn)	1. 称量 1.374 g 于 400~500℃ 灼烧至恒重的无水硫酸锰,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 1.538 g 硫酸锰 $(\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属锰,溶于 1+1 硝酸溶液 10 mL 中,水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸溶液 5 mL,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸 20 mL 溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含锰(Mn)1 mg
钼(Mo)	1. 称量 0.920 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属钼,溶于少量王水中,水浴上蒸发近干,加入 1+1 盐酸溶液 20 mL 溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用 1+1 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钼(Mo)1 mg

表 1(续)

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
钠(Na)	称量 1.271 g 于 500~600℃ 灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钠(Na)1 mg
铌(Nb)	称量 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℃ 灼烧熔融,取出冷却,用 150 g/L 酒石酸溶液 20 mL 加热溶解。移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铌(Nb)1 mg
镍(Ni)	1. 称量 3.365 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 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 2.239 g 硫酸镍 $(\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ 或 2.393 g 硫酸镍 $(\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属镍,溶于少量硝酸中,水浴上蒸发近干,加入 1+1 盐酸溶液 5 mL,再在水浴上蒸发近干,加入 1+9 盐酸 20 mL 溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含镍(Ni)1 mg
铍(Be)	称量 1.965 g 硫酸铍 $(\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$,溶于水,加 1 mL 硫酸,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铍(Be)1 mg
铅(Pb)	1. 称量 0.799 g 硝酸铅,加 1+9 硝酸溶液 50 mL 溶解,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铅,溶于硝酸中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铅(Pb)1 mg
砷(As)	称量 0.660 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷,温热溶于 100 g/L 氢氧化钠溶液 6 mL 中,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含砷(As)1 mg
锶(Sr)	称量 1.521 g 氯化锶 $(\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$,溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含锶(Sr)1 mg
铊(Tl)	称量 0.587 g 氯化亚铊,溶于 25 mL 硫酸,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铊(Tl)1 mg
钛(Ti)	1. 称量 0.834 g 二氧化钛,加 5~8 g 焦硫酸钾,于 600℃ 灼烧熔融,冷却,用(1+35)硫酸溶液溶解,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 2.147 g 三氯化钛溶液 150 g/L,加 2+1 盐酸溶液 20 mL,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含钛(Ti)1 mg
锑(Sb)	称量 1.371 g 酒石酸锑钾 $(\text{C}_4\text{H}_4\text{K}_2\text{O}_6\text{Sb} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O})$,溶于 1+3 盐酸溶液中,移入 500 mL 容量瓶中,用 1+3 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含锑(Sb)1 mg
铁(Fe)	1. 称量 0.100 g 高纯金属铁(99.5%以上),加入 15 mL 盐酸溶解,滴加 3%过氧化氢 3~5 滴,加热,将溶液蒸发至体积约为 10 mL。冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。 2. 称量 4.317 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 1+6 硫酸溶液 25 mL,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含铁(Fe)1 mg

表 1(完)

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
铜(Cu)	1. 称量 1.965 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 溶于水, 移入 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。 2. 称量 0.100 g 高纯金属铜, 溶于硝酸中, 水浴上蒸发近干, 加入 5 mL 盐酸, 再在水浴上蒸发近干, 加入 1+9 盐酸 20 mL 溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含铜(Cu)1 mg
钨(W)	称量 0.631 g 预先在 105~110℃ 干燥 1 h 的三氧化钨, 加 200 g/L 氢氧化钠 30~40 mL, 加热溶解, 冷却, 移入 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。 注: 可用钨酸铵在 400~500℃ 灼烧 20 min 分解后生成的三氧化钨制备。	1 mL 溶液含钨(W)1 mg
硒(Se)	称量 0.703 g 二氧化硒, 溶于水, 移入 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含硒(Se)1 mg
锡(Sn)	称量 0.100 g 金属锡, 溶于 1+1 盐酸溶液中, 移入 100 mL 容量瓶中, 用 1+1 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含锡(Sn)1 mg
锌(Zn)	1. 称量 0.622 g 氧化锌, 溶于 10 mL 水及 5 mL 硫酸中, 移入 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。 2. 称量 2.199 g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 溶于水, 移入 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。 3. 称量 0.100 g 高纯金属锌, 溶于盐酸中, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含锌(Zn)1 mg
亚铁Ⅱ(Fe)	称量 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 1+1 硫酸 1 mL 的水中, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 此标准溶液使用前制备。	1 mL 溶液含亚铁Ⅱ(Fe)1 mg
铟(In)	称量 0.100 g 高纯金属铟, 加 1+1 盐酸溶液 15 mL, 加热溶解, 冷却, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含铟(In)1 mg
银(Ag)	称量 0.157 g 硝酸银, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于棕色瓶中。	1 mL 溶液含银(Ag)1 mg
锗(Ge)	称量 0.100 g 高纯金属锗, 加热溶于 30% 过氧化氢 3~5 mL 中, 逐滴加入氨水至白色沉淀溶解, 用 1+4 硫酸溶液中和并过量 0.5 mL, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含锗(Ge)1 mg

4.2 以非金属元素杂质标准溶液

除有特殊规定外, 此杂质标准溶液(见表 2)制备后应贮存于玻璃瓶中。

表 2 以非金属元素杂质标准溶液

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
氮(N)	1. 称量 0.382 g 于 100~105℃ 干燥至恒重的氯化铵, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。 2. 称量 0.607 g 硝酸钠, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含氮(N)1 mg

表 2(完)

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
硅(Si)	称量 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 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。	1 mL 溶液含硅(Si)1 mg
磷(P)	称量 0.439 g 磷酸二氢钾,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含磷(P)1 mg
硫(S)	称量 0.544 g 硫酸钾,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含硫(S)1 mg
氯(Cl)	称量 3.97 g 氯胺 T($C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O$),置于 100 mL 容量瓶中,溶于水,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含氯(Cl)1 mg
硼(B)	称量 0.572 g 硼酸,加 50 mL 水,温热溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含硼(B)1 mg
碳(C)	称量 0.883 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 100 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含碳(C)1 mg

4.3 以酸根离子计杂质标准溶液

除有特殊规定外,此杂质标准溶液(见表 3)制备后应贮存于玻璃瓶中。

表 3 以酸根离子计杂质标准溶液

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
草酸盐	称量 0.143 g 草酸($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$),溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg C_2O_4
碘化物	称量 0.131 g 碘化钾,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色瓶中。	1 mL 溶液含有 1 mg I
碘酸盐	称量 0.122 g 碘酸钾,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色瓶中。	1 mL 溶液含有 1 mg IO_3
氟化物	称量 0.221 g 氟化钠,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。	1 mL 溶液含有 1 mg F
铬酸盐	称量 0.167 g 于 105~110℃ 干燥 1 h 的铬酸钾,溶于含有 100 g/L 氢氧化钠溶液 1 滴的少量水中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg CrO_4
硅酸盐	称量 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,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。	1 mL 溶液含有 1 mg SiO_2
磷酸盐	称量 0.143 g 磷酸二氢钾,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg PO_4
硫代硫酸盐	称量 0.221 g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$),溶于煮沸过的水,移入 100 mL 容量瓶中,用煮沸过的水稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg S_2O_3
硫化物	称量 0.749 g 硫化钠($Na_2S \cdot 9H_2O$),溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。	1 mL 溶液含有 1 mg S

表 3(完)

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
硫氰酸盐	称量 0.131 g 硫氰酸铵, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg SCN
硫酸盐	1. 称量 0.148 g 于 105~110℃ 干燥至恒重的无水硫酸钠, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。 2. 称量 0.181 g 硫酸钾, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg SO ₄
六氟合硅酸盐	称量 30%~32% 六氟合硅酸 m g 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液贮存于聚乙烯瓶中。 六氟合硅酸质量按下式计算: $m = \frac{1.014 \times 0.1000}{X}$ 式中: m ——六氟合硅酸的质量, g; X ——六氟合硅酸的实际百分含量; 0.1000——配制 100 mL 六氟合硅酸杂质标准溶液所需六氟合硅酸的质量, g。 注: 制备前应按本标准附录 A 中 A2 规定方法测定六氟合硅酸的含量。	1 mL 溶液含有 1 mg SiF ₆
六氟合铁(Ⅱ)酸盐	称量 0.199 g 六氟合铁(Ⅱ)酸钾(K ₄ [Fe(CN) ₆]·3H ₂ O), 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg Fe(CN) ₆
氯化物	称量 0.165 g 于 500~600℃ 灼烧至恒重的氯化钠, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg Cl
氯酸盐	称量 0.147 g 氯化钾, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg ClO ₃
碳酸盐	称量 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, 移入 100 mL 容量瓶中, 用无二氧化碳的水稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg CO ₃
硝酸盐	1. 称量 0.163 g 于 120~130℃ 干燥至恒重的硝酸钾, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。 2. 称量 0.137 g 硝酸钠, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg NO ₃
溴化物	称量 0.149 g 溴化钾, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于棕色瓶中。	1 mL 溶液含有 1 mg Br
溴酸盐	称量 0.131 g 溴酸钾, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于棕色瓶中。	1 mL 溶液含有 1 mg BrO ₃
亚硝酸盐	称量 0.150 g 亚硝酸钠, 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。此溶液使用前制备。	1 mL 溶液含有 1 mg NO ₂
乙酸盐	称量 2.305 g 乙酸钠(CH ₃ COONa·3H ₂ O), 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg CH ₃ COO

4.4 以分子计杂质标准溶液

除有特殊规定外, 此杂质标准溶液(见表 4)制备后应贮存于玻璃瓶中。

表4 以分子计杂质标准溶液

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
丙酮	称量 0.100 g 丙酮,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。	1 mL 溶液含有 1 mg CH_3COCH_3
二硫化碳	称量 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,摇匀。此标准溶液使用前制备。	1 mL 溶液含有 1 mg CS_2
二氧化硅	1. 称量 0.100 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 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。 2. 称量 0.100 g 预先在 900 ℃ 灼烧至恒重的硅酸,溶于 30 g/L 氢氧化钠溶液 8 mL 中,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。	1 mL 溶液含有 1 mg SiO_2
二氧化碳	称量 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 100 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg CO_2 或 0.27 mg C
酚	称量 0.100 g 苯酚,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$
过氧化氢	称量 30% 过氧化氢 m g,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。 30% 过氧化氢质量按下式计算: $m = \frac{0.1000}{X}$ 式中: m — 30% 过氧化氢的质量, g; X — 30% 过氧化氢的实际百分含量; 0.1000 — 配制 100 mL 过氧化氢杂质标准溶液所需过氧化氢的质量, g。 注:制备前应按本标准附录 A 中 A3 规定方法测定 30% 过氧化氢的含量。	1 mL 溶液含有 1 mg H_2O_2
甲醇	称量 0.100 g 甲醇,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。	1 mL 溶液含有 1 mg CH_3OH
甲醛	称量 m g 甲醛溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。 甲醛溶液质量按下式计算: $m = \frac{0.1000}{X}$ 式中: m — 甲醛溶液的质量, g; X — 甲醛溶液的实际百分含量; 0.1000 — 配制 100 mL 甲醛杂质标准溶液所需甲醛的质量, g。 注:制备前应按本标准附录 A 中 A4 规定方法测定甲醛的含量。	1 mL 溶液含有 1 mg HCHO
糠醛	称量 0.100 g 糠醛,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg $\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_2$
葡萄糖	称量 0.100 g 葡萄糖,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$

表 4(完)

名 称	制 备 方 法	溶 液 浓 度
水杨酸	称量 0.100 g 水杨酸,加少量水和 1 mL 冰乙酸,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。	1 mL 溶液含有 1 mg $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$
缩二脲	称量 0.100 g 缩二脲,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。	1 mL 溶液含有 1 mg $\text{NH}_2\text{CONHCONH}_2$
羰基化合物	称量 10.43 g 丙酮(相当 5.000 g CO)置于含有 50 mL 无羰基甲醇的 100 mL 容量瓶中,用无羰基甲醇稀释至刻度,摇匀。移取 2.00 mL 此溶液于 100 mL 容量瓶中,用无羰基甲醇稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。	1 mL 溶液含有 1 mg CO
乙醛	<p>称量 40% 乙醛溶液 m g,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,此标准溶液使用前制备。</p> <p>40% 乙醛质量按下式计算:</p> $m = \frac{0.1000}{X}$ <p>式中: m——40% 乙醛的质量, g; X——40% 乙醛的实际百分含量; 0.1000——配制 100 mL 乙醛杂质标准溶液所需乙醛的质量, g。</p> <p>注:制备前应按本标准附录 A 中 A1 规定方法测定 40% 乙醛的含量。</p>	1 mL 溶液含有 1 mg CH_3CHO
乙酸酐	<p>称量 0.100 g 乙酸酐,用无乙酸酐的冰乙酸溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用无乙酸酐的冰乙酸稀释至刻度,摇匀。此标准溶液使用前制备。</p> <p>注:无乙酸酐的冰乙酸的制备,将冰乙酸回流半小时蒸馏制得</p>	1 mL 溶液含有 1 mg $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$

附录 A

(标准的附录)

四种溶液的含量测定方法

A1 40%乙醛溶液含量测定

量取 50.00 mL 氯化羟胺溶液 [$c(\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$] 注入具塞锥形瓶中,称量,加入 1.5 mL 乙醛,放置 30 min,再称量,两次称量均精确至 0.000 2 g,加 10 滴溴酚蓝指示液,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。

空白试验是量取 50.00 mL 氯化羟胺溶液 [$c(\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$],加入 30 mL 水,与样品同时同样操作。

40%乙醛含量按式(A1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.044\ 05}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中: X_1 ——40%乙醛溶液的百分含量,%;

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的用量, mL;

V_2 ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的用量, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——40%乙醛的质量, g;

0.044 05——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的乙醛的质量。

A2 六氟合硅酸含量测定

称取 3 g 六氟合硅酸(精确至 0.000 2 g)。置于聚乙烯杯中,加 100 mL 水、10 mL 饱和氯化钾溶液及 10 g/L 酚酞指示液 3 滴,冷却至 0℃,用氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$] 滴定至粉红色,保持 15 s (V_1)。然后加热至 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)。

六氟合硅酸含量按式(A2)计算:

$$X_2 = \frac{V_2 c \times 0.036\ 02}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A2})$$

式中: X_2 ——六氟合硅酸的百分含量,%;

V_2 ——滴定至第二终点氢氧化钠标准滴定溶液的用量, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——六氟合硅酸的质量, g;

0.036 02——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的六氟合硅酸的质量。

A3 30%过氧化氢含量测定

量取 30%过氧化氢 1.8 mL (2 g),注入具塞锥形瓶中(精确至 0.000 2 g),移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。量取其中 25.00 mL,加 20%硫酸溶液 10 mL,用高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)$] 滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s。

30%过氧化氢含量按式(A3)计算:

$$X_3 = \frac{Vc \times 0.017\ 01}{m} \times 100 \quad \text{..... (A3)}$$

式中： X_3 ——30%过氧化氢的百分含量，%；

V ——高锰酸钾标准滴定溶液的用量，mL；

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——30%过氧化氢的质量，g；

0.017 01——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\text{KMnO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的过氧化氢的质量。

A4 甲醛溶液含量测定

量取 3 mL 甲醛溶液(精确至 0.000 2 g)，加入 50 mL 亚硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 1 \text{ mol/L}$] 中，用硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$] 滴定至溶液由蓝色变为无色。

甲醛溶液含量按式(A4)计算：

$$X_4 = \frac{Vc \times 0.030\ 03}{m} \times 100 \quad \text{..... (A4)}$$

式中： X_4 ——甲醛溶液的百分含量，%；

V ——硫酸标准滴定溶液的用量，mL；

c ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——甲醛溶液的质量，g；

0.030 03——与 1.00 mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的甲醛的质量。

注：亚硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{SO}_3 = 1 \text{ mol/L})$] 制备：称取 126 g 亚硫酸钠，溶于水，稀释至 1 000 mL，加 1 g/L 百里香酚酞指示液，用 1+30 硫酸溶液中和至无色。