



中华人民共和国国家标准

GB/T 1289—94

化 学 试 剂 草 酸 钠

Chemical reagent
Sodium oxalate

1994-03-23 发布

1994-12-01 实施

国 家 技 术 监 督 局 发 布

中华人民共和国国家标准

化 学 试 剂 草 酸 钠

GB/T 1289—94

代替 GB 1289—77

Chemical reagent
Sodium oxalate

本试剂为白色结晶粉末,溶于水,不溶于乙醇。

分子式: $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

相对分子质量: 134.00 (按 1989 年国际相对原子质量)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂草酸钠的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂草酸钠的检验。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 609 化学试剂 总氮量测定通用方法
- GB 619 化学试剂 采样及验收规则
- GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB 9735 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB 9737 化学试剂 易炭化物质测定通则
- GB 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- HG 3—119 化学试剂 包装及标志
- HG 3—1168 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

3 技术要求

3.1 草酸钠($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)含量不少于 99.8%。

3.2 pH 值(30 g/L 溶液, 25℃): 7.5~8.5。

3.3 杂质最高含量:

%

名 称	优 级 纯	分 析 纯
澄清度试验	合格	合格
水不溶物	0.005	0.01
干燥失重	0.01	0.02
氯化物(Cl)	0.001	0.002
硫化物(以 SO ₄ 计)	0.002	0.004
总氮量(N)	0.001	0.002
钾(K)	0.005	0.01
铁(Fe)	0.000 2	0.000 5
重金属(以 Pb 计)	0.001	0.002
易炭化物质	合格	合格

4 试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB 601、GB 602、GB 603之规定制备,实验用水应符合 GB 6682 中三级水规格。

4.1 草酸钠(Na₂C₂O₄)含量测定

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g。溶于 100 mL 含有 8 mL 硫酸的水中,用高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定,近终点时,加热至 65℃,继续滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。同时作空白试验。

含量按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.067\ 00}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: x_1 ——草酸钠的百分含量, %;

V_1 ——试样消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

0.067 00——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的草酸钠的质量;

m ——试样的质量, g。

4.2 pH 值

称取 3 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中后,按 GB 9724 之规定测定。

4.3 杂质测定

试样称量须精确至 0.01 g。

4.3.1 澄清度试验

称取 2.5 g 试样,溶于 100 mL 热水中,其浊度不得大于 HG 3—1168 中规定的澄清度标准:

优级纯, 2 号;

分析纯, 4 号。

4.3.2 水不溶物

称取 10 g 试样,溶于 250 mL 沸水中,冷却至室温,用已在 $105\pm 2^\circ\text{C}$ 恒重的 4 号玻璃滤坩过滤,用热水洗涤滤渣至洗液无钠离子反应,于 $105\pm 2^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒重。结果按 GB 9738 中第 7 章之规定计算。

4.3.3 干燥失重

称取 10 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于已在 $105\pm 2^\circ\text{C}$ 恒重的称量瓶中,于 $105\pm 2^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至恒重。

干燥失重按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: x_2 ——干燥失重的百分数, %;

m_1 ——干燥前试样的质量, g;

m_2 ——干燥恒重后试样的质量, g。

4.3.4 氯化物

称取 1 g 试样,溶于 10 mL 热水及 8 mL 硝酸溶液(25%)中,冷却。加 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量氯化物的杂质标准溶液:

优级纯, 0.01 mg Cl;

分析纯, 0.02 mg Cl。

与试样同时同样处理。

4.3.5 硫化物

称取 1 g 试样,置于蒸发皿中,加 4 mL 水、4 mL 30%过氧化氢及 4 mL 硝酸,盖上表面皿,在水浴上保温 1 h,蒸干。加少量水溶解,加 6 mL 盐酸溶液(20%),再蒸干。残渣溶于 10 mL 水(必要时过滤),用氢氧化钠溶液(100 g/L)中和,稀释至 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB 9728 之规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量硫酸盐的杂质标准溶液:

优级纯, 0.02 mg SO_4 ;

分析纯, 0.04 mg SO_4 。

与试样同时同样处理。

4.3.6 总氮量

称取 2 g 试样,溶于 140 mL 热水中,冷却后,按 GB 609 之规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量氮的杂质标准溶液:

优级纯, 0.02 mg N;

分析纯, 0.04 mg N。

稀释至 140 mL,与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.7 钾

按 GB 9723 之规定测定,其中:

4.3.7.1 仪器条件

光源:钾空心阴极灯;

波长:766.5 nm;

火焰:乙炔-空气。

4.3.7.2 测定方法

称取 6 g 试样,溶于适量的热水中,冷却,稀释至 200 mL。取 50 mL,共四份,按 GB 9723 中 6.2.2 条之规定测定。

4.3.8 铁

称取 1 g 试样,溶于 30 mL 热水中。冷却,加 2 mL 磺基水杨酸溶液(100 g/L),摇匀,加 5 mL 氨水溶液(10%),摇匀。溶液所呈黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量铁的杂质标准溶液:

优级纯,0.002 mg Fe;

分析纯,0.005 mg Fe。

稀释至 30 mL,与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.9 重金属

称取 2 g 试样,置于蒸发皿中,加 2 mL 水、4 mL 30%过氧化氢及 4 mL 硝酸,盖上表面皿,在水浴上保温 1 h,蒸干。加 2 mL 水、1 mL 30%过氧化氢及 2 mL 硝酸,再蒸干。残渣溶于 10 mL 水,用氨水溶液(10%)调节溶液 pH 值至 4,稀释至 20 mL。取 15 mL,按 GB 9735 之规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准。

标准是取剩余的 5 mL 试样溶液及含下列数量铅的杂质标准溶液:

优级纯,0.01 mg Pb;

分析纯,0.02 mg Pb。

稀释至 15 mL,与同体积试样溶液同时同样处理。

4.3.10 易炭化物质

称取 1 g 试样,置于蒸发皿中,加 10 mL 硫酸(优级纯,95%±0.5%),加热至硫酸蒸气开始逸出,冷却至室温。溶液所呈颜色不得深于 GB 9737 中规定的标准色 R/8 或 B/8。

5 检验规则

按 GB 619 之规定进行采样及验收。

6 包装及标志

按 HG 3—119 之规定,其中:

内包装形式:Gz—2、Gz—3;

外包装形式:W—1、W—3;

包装单位:第 4 类。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由西安化学试剂厂负责起草。

本标准主要起草人杨俊芝、江莉。

本标准于 1965 年首次发布,于 1977 年修订。

(京)新登字 023 号

GB/T 1289—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
草 酸 钠

GB/T 1289—94

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字
1994 年 8 月第一版 1994 年 8 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066 · 1-10958 定价 8.00 元

*

标 目 246—42



GB/T 1289—1994