

ICS 71.040.30
G 63



中华人民共和国国家标准

GB/T 693—1996

化学试剂 三水合乙酸钠(乙酸钠)

Chemical reagent
Sodium acetate trihydrate

1996-08-22 发布

1997-02-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准给出优级纯、分析纯、化学纯三个级别,其中优级纯等效采用 ISO 6353-2:1983《化学分析试剂——第2部分:规格——第一批》中 R 29“三水合乙酸钠”。差异如下:

1 标准编写

根据我国国情,本标准增列了性状、检验规则和包装及标志三章。

2 规格

2.1 项目

本标准比国际标准多澄清度试验和水不溶物两项。

2.2 指标

优级纯的含量、氯化物、磷酸盐、钾、钙、铁等六项指标严于国际标准,其他各项指标与国际标准相同。

3 试验

本标准含量的测定方法与国际标准不同,国际标准用非水滴定法,本标准采用易于掌握的离子交换法测定,实验表明,两种方法结果无显著差异。其他项目均引用我国已制定的一套化学试剂通用试验方法标准中相应的标准。这套标准基本上是采用 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂——第1部分:通用试验方法》制定的。

本标准修订并取代了 GB 693—85《化学试剂 乙酸钠》,与前版本相比,为采用国际标准,在规格及试验方法上作了相应的变动。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 693—85。

本标准的附录 A 是标准的附录。

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。

本标准起草单位:重庆化学试剂总厂。

本标准主要起草人:唐思杨、陈兴旺。

本标准于 1965 年首次发布,于 1985 年修订。

中华人民共和国国家标准

化学试剂 三水合乙酸钠(乙酸钠)

GB/T 693—1996

Chemical reagent
Sodium acetate trihydrate

代替 GB 693—85

分子式: $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 136.08

1 范围

本标准规定了化学试剂三水合乙酸钠的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

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 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 619—88 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 3914—83 化学试剂 阳极溶出伏安法通则
- GB 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)
- GB/T 9723—88 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9724—88 化学试剂 pH 值测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9727—88 化学试剂 磷酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9728—88 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9729—88 化学试剂 氯化物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9734—88 化学试剂 铝测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9738—88 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9739—88 化学试剂 铁测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB 15346—94 化学试剂 包装及标志
- HG 3—1168—78 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

3 性状

本试剂为无色透明或白色颗粒结晶,溶于水。

4 规格

乙酸钠的规格应符合表 1 的规定。

表 1

名 称	优 级 纯	分 析 纯	化 学 纯
含量(CH ₃ COONa·3H ₂ O), %	≥99.5	≥99.0	≥98.0
pH(50g/L, 25℃)	7.5~9.0	7.5~9.0	7.5~9.0
澄清度试验	合 格	合 格	合 格
水不溶物, %	≤0.002	≤0.002	≤0.005
氯化物(Cl), %	≤0.0003	≤0.001	≤0.003
硫酸盐(SO ₄), %	≤0.002	≤0.005	≤0.005
磷酸盐(PO ₄), %	≤0.0002	≤0.0002	≤0.0005
铝(Al), %	≤0.0005	≤0.0005	≤0.001
钾(K), %	≤0.002		
钙(Ca), %	≤0.001	≤0.002	≤0.005
铁(Fe), %	≤0.0002	≤0.0002	≤0.0005
铜(Cu), %	≤0.0005	≤0.0005	≤0.001
铅(Pb), %	≤0.0005	≤0.0005	≤0.001
还原高锰酸钾物质(以 HCOOH 计), %	≤0.005	≤0.01	≤0.02

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682—92 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量。

5.1 含量

称取 0.4 g 样品,精确至 0.0001 g。溶于 25 mL 水中,注入强酸性阳离子交换树脂柱中,树脂的处理及再生方法见附录 A(标准的附录),以约 5 mL/min 的流量进行交换,交换液收集于锥形瓶中,用水分次洗涤树脂至滴下溶液呈中性。收集交换液和洗涤液,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=0.1 mol/L]滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。同时做空白试验。

含量按下式计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 136.1}{m \times 1000} \times 100$$

式中: X——三水合乙酸钠的质量百分含量, %;

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

136.1——三水合乙酸钠的摩尔质量[M(CH₃COONa·3H₂O)], g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.2 pH

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.3 澄清度试验

称取 20 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3—1168—78 中规定的下列澄清度标准:

优级纯……………2 号;
分析纯……………3 号;
化学纯……………5 号。

5.4 水不溶物

称取 50 g 样品,溶于 300 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.5 氯化物

5.5.1 试验溶液的制备

称取 20 g 样品,溶于水,稀释至 50 mL。

5.5.2 测定方法

取 5 mL 试验溶液,稀释至 10 mL,加 4.5 mL 硝酸溶液(25%)酸化后,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯……………0.006 mg Cl;
分析纯……………0.020 mg Cl;
化学纯……………0.060 mg Cl。

加 1 mL 硝酸溶液(25%),稀释至 20 mL,与酸化后的试液同时同样处理。

5.6 硫酸盐

取 2.5 mL 试验溶液(5.5.1),稀释至 20 mL,加 2 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728—88 之规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

优级纯……………0.02 mg SO₄;
分析纯、化学纯……………0.05 mg SO₄。

稀释至 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20%),与酸化后的试液同时同样处理。

5.7 磷酸盐

取 5 mL 试验溶液(5.5.1),加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加硝酸溶液(25%)至溶液黄色刚刚消失,稀释至 10 mL 后,按 GB/T 9727 的规定测定。有机层所呈蓝色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的磷酸盐标准溶液:

优级纯、分析纯……………0.004 mg PO₄;
化学纯……………0.010 mg PO₄。

稀释至 5 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.8 铝

取 5 mL 试验溶液(5.5.1),加 4 mL 盐酸溶液(20%),在水浴上蒸干,残渣溶于水,稀释至 10 mL 后,按 GB/T 9734 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的铝标准溶液:

优级纯、分析纯……………0.01 mg Al;
化学纯……………0.02 mg Al。

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.9 钾

按 GB/T 9723 的规定测定。

5.9.1 仪器条件

光源：钾空心阴极灯；

波长：766.5 nm；

火焰：乙炔-空气。

5.9.2 测定方法

称取 5 g 样品，溶于水，加 5 mL 盐酸溶液(20%)，稀释至 100 mL。取 10 mL，共四份，按 GB/T 9723—88 中 6.2.2 的规定测定。

5.10 钙

按 GB/T 9723—88 之规定测定。

5.10.1 仪器条件

光源：钙空心阴极灯；

波长：422.7 nm；

火焰：乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

称取 25 g 样品，溶于水，加 20 mL 盐酸溶液(20%)，稀释至 100 mL。取 20 mL(化学纯取 8 mL)，共四份，按 GB/T 9723—88 中 6.2.2 的规定测定。

5.11 铁

取 5 mL 试验溶液(5.5.1)，稀释至 10 mL，用盐酸溶液(15%)将溶液 pH 值调至 2 后，按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液：

优级纯、分析纯……………0.004 mg Fe；

化学纯……………0.010 mg Fe。

稀释至 10 mL，与同体积试液同时同样处理。

5.12 铜

按 GB/T 3914 的规定测定。

5.12.1 测定条件

预电解电位：-0.9 V；

扫描电位范围：-0.9 V~-0.05 V；

溶出峰电位：-0.2 V。

5.12.2 测定方法

称取 1 g 样品，溶于 50 mL 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]中。取 5 mL，置于电解池中，加 30 mL 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]后，按 GB/T 3914—83 中 6.1 之规定，从“通入适当时间氮气”开始测定。同时做空白实验。

5.13 铅

按 GB/T 3914 的规定测定。

5.13.1 测定条件

预电解电位：-0.9 V；

扫描电位范围：-0.9 V~-0.05 V；

溶出峰电位：-0.53 V。

5.13.2 测定方法

同 5.12.2。

5.14 还原高锰酸钾物质

按 GB/T 9726—88 中 6.2 的规定测定。其中，称取 10 g(化学纯取 5 g)样品，溶于 100 mL 水中，加 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液[$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$]，煮沸 5 min，冷却，加 2 g 碘化钾及 20 mL

硫酸溶液(20%),摇匀,于暗处放置 5 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 1 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。计算时甲酸的摩尔质量 $[M(1/2\text{HCOOH})]$ 取 23.01 g/mol。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

隔离材料:GC-2、GC-3;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。

附录 A

(标准的附录)

强酸性阳离子交换树脂的处理和再生方法

A1 仪器

A1.1 交换柱材料：玻璃管或聚乙烯管。

A1.2 交换柱内径：10 mm~20 mm。

A1.3 树脂床高度：约 400 mm(膨胀后树脂体积占交换柱高度的 2/3)。

A1.4 树脂颗粒度：0.2 mm~0.8 mm。

A2 处理方法

取适量的强酸性阳离子交换树脂于烧杯中(干树脂,应先用饱和氯化钠溶液浸泡,再逐步稀释氯化钠溶液,以免树脂膨胀而破碎),用水漂洗至澄清后,加水浸泡 12 h~24 h,使其充分膨胀。排去水后,加入 95%乙醇浸泡 24 h。用水洗至无醇味后,加入盐酸溶液(1+3)浸泡 2 h~3 h,用水洗至中性,加入氢氧化钠溶液(100 g/L),浸泡 2 h~3 h,水洗至中性,再用盐酸溶液(1+3)漂洗,并浸泡 24 h,经常搅拌。用盐酸溶液(1+3)漂洗三次。

将经上述处理的树脂装入交换柱中,用 400 mL 盐酸溶液(1+3)以 10 mL/min 的流量洗涤树脂,再用水洗至洗液呈中性。用水浸泡,备用。

A3 再生方法

将失效的强酸性阳离子交换树脂移入烧杯中,用盐酸溶液(1+3)漂洗三次,并浸泡 2 h,经常搅拌。将盐酸溶液排尽,再用盐酸溶液(1+3)漂洗三次。

将经上述处理的树脂装入交换柱,用 400 mL 盐酸溶液(1+3)以 10 mL/min 的流量洗涤树脂,再用水洗至滴下溶液呈中性。用水浸泡,备用。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
三 水 合 乙 酸 钠 (乙 酸 钠)
GB/T 693—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
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

*

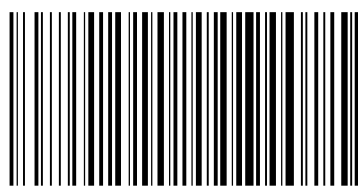
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 13 千字
1997年3月第一版 1997年3月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-13482 定价10.00元

*

标 目 304—13



GB/T 693—1996