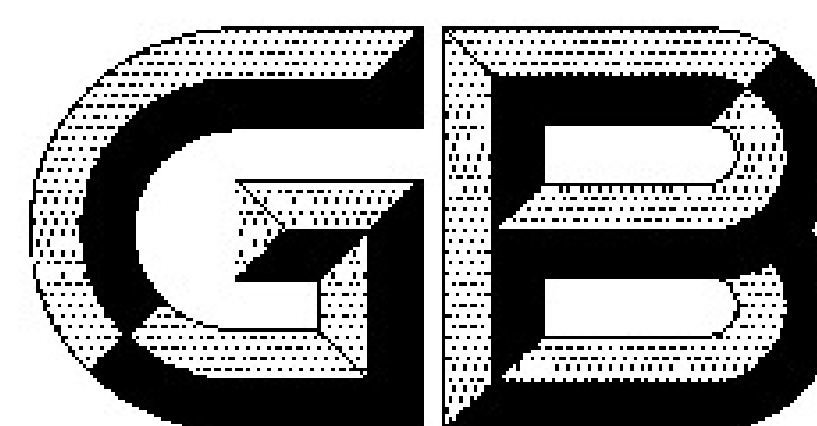




# 中华人民共和国国家标准

GB/T 1289—2022

代替 GB/T 1289—1994

## 化学试剂 草酸钠

Chemical reagent—Sodium oxalate

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 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 1289—1994《化学试剂 草酸钠》，与 GB/T 1289—1994 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了含量的技术要求，优级纯技术要求由“ $\geq 99.8\%$ ”提高到“ $\geq 99.9\%$ ”（见第 5 章，1994 年版的 3.1）；
- 增加了镁、钙两项优级纯技术要求和测定方法（见第 5 章、6.10、6.12）；
- 增加了钾的电感耦合等离子体原子发射光谱法的测定方法（见 6.11.1）；
- 更改了钾的火焰原子吸收光谱法测定方法的称样量（见 6.11.2，1994 年版的 4.3.7）；
- 增加了铁的电感耦合等离子体原子发射光谱法的测定方法（见 6.13.1）；
- 更改了检验规则（见第 7 章，1994 年版的第 5 章）；
- 更改了包装及标志（见第 8 章，1994 年版的第 6 章）。

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：南京国源标准技术服务有限公司、广东广试试剂科技有限公司、泰州市产品质量监督检验院、苏州鹏然科技有限公司、山东省产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：李敏、曹娟、钱辉、吴荣辉、王爱霞、杜伯会、王洁、邱爱玲、高丽。

本文件于 1965 年首次发布，1977 第一次修订，1994 第二次修订，本次为第三次修订。

# 化学试剂 草酸钠

## 1 范围

本文件规定了化学试剂草酸钠的性状、技术要求、试验方法、检验规则、包装及标志。  
本文件适用于化学试剂草酸钠的检验。

注：化学试剂草酸钠分子式为  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ，相对分子质量为 134.00（根据 2018 年国际相对原子质量），CAS 号：62-76-0。

## 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 609 化学试剂 总氮量测定通用方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB/T 9737—2008 化学试剂 易炭化物质测定通则
- GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- GB/T 23942—2009 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则
- HG/T 3484—1999 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 性状

本试剂为白色结晶粉末，溶于水，不溶于乙醇。

## 5 技术要求

草酸钠技术要求见表 1。

表 1 草酸钠技术要求

| 项目                                                      | 优级纯                                          | 分析纯                              |
|---------------------------------------------------------|----------------------------------------------|----------------------------------|
| 草酸钠(Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )质量分数 | ≥99.9%                                       | ≥99.8%                           |
| pH 值(30 g/L,25 ℃)                                       | 7.5~8.5                                      | 7.5~8.5                          |
| 澄清度                                                     | 不大于 HG/T 3484—1999<br>表 2 中的 2 号             | 不大于 HG/T 3484—1999<br>表 2 中的 4 号 |
| 水不溶物质量分数                                                | ≤0.005%                                      | ≤0.01%                           |
| 干燥失量质量分数                                                | ≤0.01%                                       | ≤0.02%                           |
| 氯化物(以 Cl 计)质量分数                                         | ≤0.001%                                      | ≤0.002%                          |
| 硫化合物(以 SO <sub>4</sub> 计)质量分数                           | ≤0.002%                                      | ≤0.004%                          |
| 总氮量(N)质量分数                                              | ≤0.001%                                      | ≤0.002%                          |
| 镁(Mg)质量分数                                               | ≤0.001%                                      | —                                |
| 钾(K)质量分数                                                | ≤0.005%                                      | ≤0.01%                           |
| 钙(Ca)质量分数                                               | ≤0.005%                                      | —                                |
| 铁(Fe)质量分数                                               | ≤0.000 2%                                    | ≤0.000 5%                        |
| 重金属(以 Pb 计)质量分数                                         | ≤0.001%                                      | ≤0.002%                          |
| 易炭化物质                                                   | 溶液所呈颜色不深于 GB/T 9737—2008 中 5.1 规定的 R/8 或 B/8 |                                  |
| 注：“—”表示无。                                               |                                              |                                  |

6 试验方法

警告：本试验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。

6.1 一般规定

本章中除另有规定外，所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，样品均按精确至 0.01 g 称量，所用溶液以百分数“%”表示的均为质量分数。

6.2 含量

称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)样品，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。同时做空白试验。

草酸钠的质量分数( $w$ )按式(1)计算：

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

.....( 1 )

式中：

$V_1$ ——高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$V_2$ ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$c$  ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $M$  ——草酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(1/2 \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=67.00 \text{ g/mol}$ ];  
 $m$  ——样品的质量,单位为克(g)。

6.3 pH 值

称取 3 g 样品,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中,按 GB/T 9724 的规定测定。

6.4 澄清度

称取 2.5 g 样品,溶于 100 mL 热水中。其浊度不应大于 HG/T 3484—1999 中表 2 规定的 2 号(优级纯)或 4 号(分析纯)澄清度标准。

6.5 水不溶物

称取 10 g 样品,溶于 250 mL 沸水中,冷却至室温,按 GB/T 9738 的规定测定。

6.6 干燥失量

称取 10 g(精确至 0.000 1 g)样品,置于已在 105 ℃±2 ℃恒量的称量瓶中,于 105 ℃±2 ℃的电烘箱中干燥至样品恒量。

干燥失量的质量分数( $w_1$ )按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$  ——干燥前样品与称量瓶的质量,单位为克(g);  
 $m_2$  ——干燥恒量后样品与称量瓶的质量,单位为克(g);  
 $m$  ——样品的质量,单位为克(g)。

6.7 氯化物

称取 1 g 样品,溶于 10 mL 热水及 8 mL 硝酸溶液(25%)中,冷却。加 1 mL 硝酸银(17 g/L)溶液,稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.01 mg(优级纯)或 0.02 mg(分析纯)的氯化物(Cl)标准溶液,与样品同时同样处理。

6.8 硫化合物

称取 1 g 样品,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,在水浴上保持 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/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.02 mg(优级纯)或 0.04 mg(分析纯)的硫酸盐( $\text{SO}_4^{2-}$ )标准溶液,与样品同时同样处理。

6.9 总氮量

称取 2 g 样品,溶于 140 mL 热水中,冷却后,按 GB/T 609 的规定测定。溶液所呈黄色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.02 mg(优级纯)或 0.04 mg(分析纯)的氮(N)标准溶液,稀释至

140 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

## 6.10 镁

### 6.10.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法(仲裁法)

#### 6.10.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

#### 6.10.1.2 仪器条件

推荐波长:镁 279.553 nm。

入射功率:1 200 W。

观测高度:12 mm。

氩气流量:载气 0.7 L/min,冷却气 12.0 L/min,辅助气 1.0 L/min。

溶液提吸速率:1.2 mL/min。

分析时间:冲洗时间 15 s,曝光时间 5 s。

#### 6.10.1.3 测定方法

称取 2.5 g 样品,加入适量热水,溶解,冷却,全部移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。取 20 mL,共四份,分别置于 100 mL 容量瓶中。按 GB/T 23942—2009 中 7.3.3 的规定测定,结果按 GB/T 23942—2009 中 7.3.4 的规定计算。

### 6.10.2 火焰原子吸收光谱法

#### 6.10.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

#### 6.10.2.2 仪器条件

光源:镁空心阴极灯。

波长:285.2 nm。

火焰:乙炔-空气。

#### 6.10.2.3 测定方法

称取 8 g 样品,加入适量的热水和 16 mL 硝酸溶解,冷却,稀释至 250 mL。取 50 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

## 6.11 钾

### 6.11.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法

#### 6.11.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

#### 6.11.1.2 仪器条件

推荐波长:钾 766.490 nm。

入射功率:1 200 W。

观测高度:12 mm。

氩气流量:载气 0.7 L/min,冷却气 12.0 L/min,辅助气 1.0 L/min。

溶液提吸速率:1.2 mL/min。

分析时间:冲洗时间 15 s,曝光时间 5 s。

#### 6.11.1.3 测定方法

见 6.10.1.3。

#### 6.11.2 火焰原子吸收光谱法(仲裁法)

##### 6.11.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

##### 6.11.2.2 仪器条件

光源:钾空心阴极灯。

波长:766.5 nm。

火焰:乙炔-空气。

##### 6.11.2.3 测定方法

称取 1 g 样品,溶于适量的热水中,冷却,稀释至 100 mL。取 20 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

#### 6.12 钙

##### 6.12.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法(仲裁法)

##### 6.12.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

##### 6.12.1.2 仪器条件

推荐波长:钙 393.366 nm。

入射功率:1 200 W。

观测高度:12 mm。

氩气流量:载气 0.7 L/min,冷却气 12.0 L/min,辅助气 1.0 L/min。

溶液提吸速率:1.2 mL/min。

分析时间:冲洗时间 15 s,曝光时间 5 s。

##### 6.12.1.3 测定方法

见 6.10.1.3。

##### 6.12.2 火焰原子吸收光谱法

##### 6.12.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

#### 6.12.2.2 仪器条件

光源:钙空心阴极灯。

波长:422.7 nm。

火焰:乙炔-空气。

#### 6.12.2.3 测定方法

见 6.10.2.3。

### 6.13 铁

#### 6.13.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法(仲裁法)

##### 6.13.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

##### 6.13.1.2 仪器条件

推荐波长:铁 238.204 nm。

入射功率:1 200 W。

观测高度:12 mm。

氩气流量:载气 0.7 L/min,冷却气 12.0 L/min,辅助气 1.0 L/min。

溶液提吸速率:1.2 mL/min。

分析时间:冲洗时间 15 s,曝光时间 5 s。

##### 6.13.1.3 测定方法

见 6.10.1.3。

#### 6.13.2 目视比色法

称取 1 g 样品,溶于 30 mL 热水中,冷却,加 2 mL 二水合 5-磺基水杨酸溶液(100 g/L),摇匀,加 5 mL 氨水溶液(10%),摇匀。溶液所呈黄色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.002 mg(优级纯)或 0.005 mg(分析纯)的铁(Fe)标准溶液,稀释至 30 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

### 6.14 重金属

称取 2 g 样品,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 pH 值至 4,稀释至 20 mL。取 15 mL,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取剩余的 5 mL 试液及含 0.01 mg(优级纯)或 0.02 mg(分析纯)的铅(Pb)标准溶液,稀释至 15 mL,与同体积试液同时同样处理。

### 6.15 易炭化物质

按 GB/T 9737—2008 的规定测定。称取 1 g 样品,置于蒸发皿中,加 10 mL 硫酸(优级纯,95%±0.5%),加热至冒白烟,冷却至室温。溶液所呈颜色不应深于 GB/T 9737—2008 中 5.1 规定的 R/8 或

B/8 的标准色。

7 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

8 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、GC-4;
  - 外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。
-