



中华人民共和国国家标准

GB/T 693—2024

代替 GB/T 693—1996

化学试剂 三水合乙酸钠(乙酸钠)

Chemical reagent—Sodium acetate trihydrate

2024-08-23 发布

2025-03-01 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 693—1996《化学试剂 三水合乙酸钠(乙酸钠)》，与 GB/T 693—1996 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了澄清度试验的技术要求，由“合格”调整为“≤2号”“≤3号”“≤5号”(见第5章，1996年版的第4章)；
- 增加了钾分析纯、化学纯的技术要求(见第5章)；
- 增加了铜、铅的火焰原子吸收光谱法的测定方法(见6.10.1)；
- 增加了钾、钙、铜、铅的电感耦合等离子体原子发射光谱法的测定方法(见6.10.2)；
- 删除了铜、铅的阳极溶出伏安法的测定方法(见1996年版的5.12、5.13)；
- 更改了包装及标志(见第8章，1996年版的第7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化学试剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本文件起草单位：南京化学试剂股份有限公司、北京化学试剂研究所有限责任公司、广东光华科技股份有限公司、江西宇辉环境技术有限公司、上海阿拉丁生化科技股份有限公司、浙江伊诺环保集团股份有限公司。

本文件主要起草人：张霞、查宏燕、杨玲玲、韩宝英、王玉华、赵季飞、吴婷、龚代高、姜苏、范双刚。

本文件于1965年首次发布，1985年第一次修订，1996年第二次修订，本次为第三次修订。

化学试剂 三水合乙酸钠(乙酸钠)

1 范围

本文件规定了化学试剂三水合乙酸钠(乙酸钠)的性状、技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

本文件适用于化学试剂三水合乙酸钠(乙酸钠)的检验。

注：化学试剂三水合乙酸钠(乙酸钠)分子式为 $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ，相对分子质量为 136.08(根据 2022 年国际相对原子质量)，CAS 号为 6131-90-4。

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 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 9726—2007 化学试剂 还原高锰酸钾物质测定通则
- GB/T 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 9734 化学试剂 铝测定通用方法
- GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法
- 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

三水合乙酸钠为无色透明或白色颗粒结晶，溶于水。

5 技术要求

三水合乙酸钠的技术要求见表 1。

表 1 三水合乙酸钠的技术要求

项 目	优级纯	分析纯	化学纯
三水合乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.0	≥ 98.0
pH 值(50 g/L, 25 ℃)	7.5~9.0	7.5~9.0	7.5~9.0
澄清度试验/号	≤ 2	≤ 3	≤ 5
水不溶物, $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.002	≤ 0.005
氯化物(Cl), $w/\%$	$\leq 0.000\ 3$	≤ 0.001	≤ 0.003
硫酸盐(SO_4), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.005	≤ 0.005
磷酸盐(PO_4), $w/\%$	$\leq 0.000\ 2$	$\leq 0.000\ 2$	$\leq 0.000\ 5$
铝(Al), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001
钾(K), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.005	≤ 0.01
钙(Ca), $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.002	≤ 0.005
铁(Fe), $w/\%$	$\leq 0.000\ 2$	$\leq 0.000\ 2$	$\leq 0.000\ 5$
铜(Cu), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001
铅(Pb), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001
还原高锰酸钾物质(以 HCOOH 计), $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.01	≤ 0.02

6 试验方法

警示: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,操作者应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,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所用试剂均为分析纯及以上级别,样品均按精确至 0.01 g 称取,所用溶液以百分数“%”表示的除“乙醇(95%)”外均为质量分数。

6.2 三水合乙酸钠

称取 0.4 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 25 mL 水中,注入强酸性阳离子交换树脂柱中,强酸性阳离子交换树脂的处理及再生方法按附录 A 执行,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,收集交换液及洗涤液,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$]滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。同时做空白试验。

三水合乙酸钠的质量分数(w)按式(1)计算:

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

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 ——三水合乙酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 136.08$ g/mol];

m ——样品的质量,单位为克(g)。

取2次平行测定结果的算术平均值为测定结果,2次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

6.3 pH值

按 GB/T 9724 的规定测定。

6.4 澄清度试验

称取20 g样品,溶于100 mL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3号(分析纯)或5号(化学纯)澄清度标准。

6.5 水不溶物

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

6.6 氯化物

6.6.1 试验溶液的制备

称取20 g样品,溶于水,稀释至50 mL。

6.6.2 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。溶液所呈浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含0.006 mg(优级纯)或0.020 mg(分析纯)或0.060 mg(化学纯)的氯化物(Cl)标准溶液,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。

6.7 硫酸盐

取2.5 mL试验溶液(6.6.1),稀释至20 mL,加2 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0.05 mg(分析纯、化学纯)的硫酸盐(SO_4)标准溶液,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。

6.8 磷酸盐

取5 mL试验溶液(6.6.1),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。有机相所呈蓝色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含0.004 mg(优级纯、分析纯)或0.010 mg(化学纯)的磷酸盐(PO_4)标准溶液,稀释至5 mL,与同体积试验溶液同时同样处理。

6.9 铝

取5 mL试验溶液(6.6.1),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。溶液所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.01 mg(优级纯、分析纯)或 0.02 mg(化学纯)的铝(Al)标准溶液,稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

6.10 钾、钙、铜、铅

6.10.1 火焰原子吸收光谱法(仲裁法)

6.10.1.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 9723—2007 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.10.1.2 仪器条件

光源:空心阴极灯。

波长:钾 766.5 nm、钙 422.7 nm、铜 324.7 nm、铅 283.3 nm。

火焰:乙炔-空气。

注:必要时开氙灯扣除背景。

6.10.1.3 测定方法

6.10.1.3.1 钾

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(分析纯取 4 mL,化学纯取 2 mL),共 4 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。

6.10.1.3.2 钙

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 4 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。

6.10.1.3.3 铜

称取 5 g 样品,溶于 50 mL 水中,加 1 mL 乙酸溶液(5%),用水稀释至 200 mL。取 40 mL,共 4 份,置于 125 mL 分液漏斗中,1 份不加标准溶液,其余 3 份分别加入质量浓度成比例的铜标准溶液,同时配制空白试验溶液。分别加入 1 mL 吡咯烷二硫代甲酸铵溶液(10 g/L),混匀,静置 5 min。加 10 mL 4-甲基-2-戊酮(甲基异丁基甲酮),振摇 1 min,静置分层,弃去水相,有机相加入 10 mL 硝酸溶液(5%),振摇 3 min,静置分层,弃去有机相,转移水相至 10 mL 容量瓶,稀释至刻度,摇匀。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。

6.10.1.3.4 铅

称取 20 g 样品,溶于 50 mL 水中,加 1 mL 乙酸溶液(5%),用水稀释至 200 mL。取 40 mL,共 4 份,置于 125 mL 分液漏斗中,1 份不加标准溶液,其余 3 份分别加入质量浓度成比例的铅标准溶液,同时配制空白试验溶液。分别加入 1 mL 吡咯烷二硫代甲酸铵溶液(10 g/L),混匀,静置 5 min。加 10 mL 4-甲基-2-戊酮(甲基异丁基甲酮),振摇 1 min,静置分层,弃去水相,有机相加入 10 mL 硝酸溶液(5%),振摇 3 min,静置分层,弃去有机相,转移水相至 10 mL 容量瓶,稀释至刻度,摇匀。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。

6.10.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

6.10.2.1 试剂、材料和仪器

按 GB/T 23942—2009 中第 5 章、第 6 章的规定。

6.10.2.2 仪器条件

推荐波长:钾 766.490 nm、钙 393.366 nm、铜 324.754 nm、铅 220.353 nm。

入射功率:1 200 W。

观测高度:12 mm。

氩气流量:载气 20 L/min,辅助气 0.3 L/min。

溶液提吸速率:1.4 mL/min。

分析时间:冲洗 60 s,曝光 10 s。

上述仪器条件可根据具体情况优化。

6.10.2.3 测定方法

6.10.2.3.1 钾

称取 5 g 样品,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。取 10 mL,共 4 份。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。

6.10.2.3.2 钙、铜、铅

称取 10 g 样品,溶于水,加 10 mL 盐酸,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。取 20 mL,共 4 份。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。

6.11 铁

取 5 mL 试验溶液(6.6.1),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。溶液所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.004 mg(优级纯、分析纯)或 0.010 mg(化学纯)的铁(Fe)标准溶液,稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

6.12 还原高锰酸钾物质

按 GB/T 9726—2007 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。

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、第 5 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。

附录 A

(规范性)

强酸性阳离子交换树脂的处理和再生方法

A.1 仪器和材料

- A.1.1 交换柱:材料玻璃管或聚乙烯管;内径:10 mm~20 mm。
- A.1.2 树脂床:高度约 400 mm(膨胀后树脂体积占交换柱高度的 2/3)。
- A.1.3 强酸性阳离子交换树脂:粒径 0.2 mm~0.8 mm。

A.2 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,加入乙醇(95%)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 3 次。

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。

A.3 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 3 次,并浸泡 24 h,经常搅拌。将盐酸溶液排尽,再用盐酸溶液(1+3)漂洗 3 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,再用水洗至滴下溶液呈中性。用水浸泡,备用。