



中华人民共和国国家标准

GB/T 1288—2011
代替 GB/T 1288—1992

化 学 试 剂 四水合酒石酸钾钠(酒石酸钾钠)

Chemical reagent—Potassium sodium tartrate tetrahydrate

(ISO 6353-2:1983, Reagents for chemical analysis—
Part 2: Specifications—First series, NEQ)

2011-05-12 发布

2011-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发 布

前 言

本标准与 ISO 6353-2:1983《化学分析试剂 第2部分:规格 第1系列》中 R27“四水合酒石酸钾钠”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 1288—1992《化学试剂 四水合酒石酸钾钠(酒石酸钾钠)》,与 GB/T 1288—1992 相比主要变化如下:

- 澄清度试验的规格由“合格”调整为“2号”、“3号”、“5号”(1992年版的3.3,本版的第4章);
- 调整了总氮量测定中化学纯的取样量(1992年版的4.3.5,本版的5.9);
- 铜、铅两项增加了火焰原子吸收光谱测定方法(1992年版的4.3.10、4.3.11,本版的5.14.2、5.15.2);
- 修改了包装及标志(1992年版的第6章,本版的第7章);
- 修改了附录A的内容(1992年版的附录A,本版的附录A)。

本标准的附录A为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云、黄艺刚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

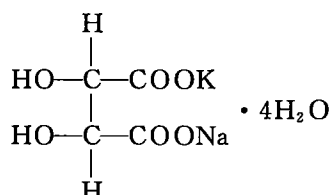
- GB/T 1288—1965、GB/T 1288—1985、GB/T 1288—1992。

化 学 试 剂

四水合酒石酸钾钠(酒石酸钾钠)

分子式: $C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$

结构式:



相对分子质量: 282.22(根据 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中四水合酒石酸钾钠的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂中四水合酒石酸钾钠的检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- 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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 609 化学试剂 总氮量测定通用方法(GB/T 609—2006,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 3914—2008 化学试剂 阳极溶出伏安法通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)
- 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 9724—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法(GB/T 9727—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(GB/T 9738—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 9742 化学试剂 硅酸盐测定通用方法(GB/T 9742—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3484 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 性状

本试剂为无色结晶或白色粉末,易溶于水,不溶于醇。

4 规格

四水合酒石酸钾钠的规格见表 1。

表 1

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
含量($C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$), $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.0	≥ 98.5
pH 值(50 g/L, 25 °C)	6.5~8.5	6.5~8.5	6.5~8.5
澄清度试验/号	≤ 2	≤ 3	≤ 5
水不溶物, $w/\%$	≤ 0.003	≤ 0.005	≤ 0.01
氯化物(Cl), $w/\%$	$\leq 0.000 5$	≤ 0.001	≤ 0.005
硫酸盐(SO_4), $w/\%$	≤ 0.003	≤ 0.005	≤ 0.03
总氮量(N), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.005	≤ 0.01
磷酸盐(以 PO_4 计), $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.001	—
硅酸盐(以 SiO_3 计), $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.005	—
钙(Ca), $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.002	≤ 0.005
铁(Fe), $w/\%$	$\leq 0.000 5$	$\leq 0.000 5$	≤ 0.002
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
还原性物质	合格	—	—

5 试验

5.1 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,操作者应采取适当的的安全和健康措施。

5.2 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,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 0.5 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(处理及再生方法见附录 A),以 3 mL/min~4 mL/min 的流量进行交换,交换液收集于锥形瓶中,用水洗涤交换树脂柱,洗至滴下溶液呈中性,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 [$c(NaOH)=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈粉红色。同时做空白试验。

四水合酒石酸钾钠的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——四水合酒石酸钾钠摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\frac{1}{2}C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O)$
=141.1];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.5 澄清度试验

称取 15 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3484 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。

5.6 水不溶物

称取 30 g 样品,溶于 200 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.7 氯化物

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 水后,加 2 mL 硝酸溶液(25%)及 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),稀释至 25 mL,摇匀,于暗处放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯 0.005 mg Cl;
分析纯 0.010 mg Cl;
化学纯 0.050 mg Cl。

与样品同时同样处理。

5.8 硫酸盐

5.8.1 试验溶液 A 的制备

称取 1.5 g 样品,溶于 10 mL 水中,在不断振摇下,滴加盐酸溶液(20%)至生成的沉淀刚刚溶解(约 2.2 mL),稀释至 15 mL。

5.8.2 测定方法

量取 10 mL(化学纯取 2 mL)试验溶液 A,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(其中:放置时间为 1 h)。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

优级纯 0.03 mg SO_4 ;
分析纯 0.05 mg SO_4 ;
化学纯 0.06 mg SO_4 。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.9 总氮量

称取 1 g(化学纯取 0.5 g)样品,溶于 140 mL 水中后,按 GB/T 609 的规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的氮标准溶液:

优级纯.....0.02 mg N;
分析纯、化学纯 0.05 mg N。

与样品同时同样处理。

5.10 磷酸盐

5.10.1 试验溶液 B 的制备

称取 2 g 样品,置于铂坩埚中,缓缓加热炭化,于 700 °C 灼烧至白,冷却。加 10 mL 水溶解(必要时过滤),稀释至 15 mL。

5.10.2 测定方法

量取 7.5 mL 试验溶液 B, 加 5 mL 硝酸, 蒸干, 残渣溶于 5 mL 水, 加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液, 用氨水溶液(10%)调至黄色刚刚出现, 再滴加硝酸溶液(13%)至黄色刚刚消失, 稀释至 10 mL 后, 按 GB/T 9727 的规定测定。有机相所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.01 mg 的磷酸盐(PO_4)标准溶液, 加 5 mL 水, 加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液, 滴加硝酸溶液(13%)至黄色刚刚消失, 稀释至 10 mL, 与同体积试液同时同样处理。

5.11 硅酸盐

量取 7.5 mL 试验溶液 B(5.10.1), 加 5 mL 盐酸, 蒸干, 残渣溶于 5 mL 水, 加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液, 用氨水溶液(10%)调至黄色刚刚出现, 再滴加硫酸溶液(5%)至黄色刚刚消失, 稀释至 10 mL 后, 按 GB/T 9742 的规定测定。溶液所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的硅酸盐标准溶液:

优级纯.....0.02 mg SiO_2 ;

分析纯.....0.05 mg SiO_2 。

加 5 mL 水、2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液, 滴加硫酸溶液(5%)至黄色刚刚消失, 稀释至 10 mL, 与同体积试液同时同样处理。

5.12 钙

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.12.1 仪器条件

光源: 钙空心阴极灯;

波长: 422.7 nm;

火焰: 乙炔-空气。

5.12.2 测定方法

称取 20 g(化学纯取 10 g)样品, 溶于水, 稀释至 100 mL。取 20 mL, 共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定, 结果按 7.2.3 的规定计算。

5.13 铁

称取 1 g 样品, 溶于 20 mL 水, 加 2 mL 氯化羟胺溶液(100 g/L), 摇匀, 放置 5 min。加 3 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液($\text{pH} \approx 6.5$)及 2 mL 1,10-菲罗啉溶液(2 g/L), 摇匀。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

优级纯、分析纯 0.005 mg Fe;

化学纯 0.02 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.14 铜

5.14.1 阳极溶出伏安法(仲裁法)

按 GB/T 3914—2008 的规定测定。

5.14.1.1 仪器条件

预电解电位: -1.0 V ;

扫描电位范围: $-1.0 \text{ V} \sim -0.05 \text{ V}$;

溶出峰电位: -0.35 V 。

5.14.1.2 测定方法

按 GB/T 3914—2008 中 7.2 的规定测定。其中: 电解质溶液为 30 mL 盐酸溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$]。样品溶液的制备是称取 0.1 g 样品。结果按 7.3 的规定计算。同时做空白试验。

5.14.2 火焰原子吸收光谱法

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.14.2.1 仪器条件

光源:铜空心阴极灯;

波长:324.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.14.2.2 测定方法

称取 5 g 样品,溶于 50 mL 水中,加 1 mL 乙酸溶液(5%),稀释至 200 mL。取 40 mL,共 4 份,置于 125 mL 分液漏斗中,一份不加标准,其余三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,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 7.2.3 的规定计算。

5.15 铅

5.15.1 阳极溶出伏安法(仲裁法)

按 GB/T 3914—2008 的规定测定。

5.15.1.1 仪器条件

预电解电位:—1.0 V;

扫描电位范围:—1.0 V~—0.05 V;

溶出峰电位:—0.53 V。

5.15.1.2 测定方法

同 5.14.1.2。

5.15.2 火焰原子吸收光谱法

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.15.2.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;

波长:283.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.15.2.2 测定方法

称取 20 g 样品,溶于 50 mL 水中,加 1 mL 乙酸溶液(5%),稀释至 200 mL。取 40 mL,共 4 份,置于 125 mL 分液漏斗中,一份不加标准,其余三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,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 7.2.3 的规定计算。

5.16 还原性物质

称取 10 g 样品,加 2.5 g 氢氧化钠,溶于 200 mL 热水中,加 25 mL 五水合硫酸铜溶液(70 g/L),在 95 ℃水浴里加热 30 min,不得出现沉淀或浑浊。

6 检验规则

按 HG/T 3921 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:

GB/T 1288—2011

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
(规范性附录)

强酸性阳离子交换树脂的处理和再生方法

A.1 仪器

A.1.1 交换柱材料:玻璃管或聚乙烯管。

A.1.2 交换柱内径:10 mm~20 mm。

A.1.3 树脂床高度:约 400 mm(膨胀后树脂体积占交换柱高度的 2/3)。

A.1.4 树脂颗粒度: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,应先用饱和的氯化钠溶液浸泡,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“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,用水洗至中性,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。

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。

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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
四水合酒石酸钾钠(酒石酸钾钠)
GB/T 1288—2011

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

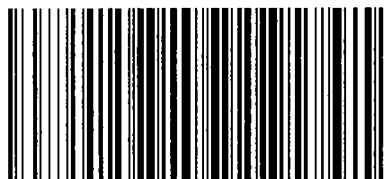
*

书号: 155066·1-43298 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 1288—2011