

# 《化学试剂 草酸钠》编制说明

## 一、工作简况

### 1 标准制定背景

化学试剂草酸钠主要用作金属沉淀剂、还原剂、络合剂、掩蔽剂、织物、鞣革整理剂、斑污墨迹的去除剂，还可作为标定高锰酸钾溶液的标准。由于原国家标准 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》发布将近 27 年，标准中引用的文件已经作废或修改，个别项目指标及检测方法已不能满足现有产品质量及市场应用的需求。为保证产品质量，满足广大用户的需求，也为了提升行业整体水平，亟需修订符合市场需求及发展的标准。本标准的修订将对规范市场经济、加速产业化进程、提高自主创新能力具有十分重要的意义。

### 2 任务来源

根据国家标准化管理委员会《关于下达 2021 年推荐性国家标准修订计划及相关标准外文版计划的通知》的安排，由南京国源标准技术服务有限公司、广州化学试剂有限责任公司、泰州质量检验研究院、北京化学试剂研究所有限责任公司等负责《化学试剂 草酸钠》国家标准的修订工作，项目计划号为 20212072-T-606，完成时间为 2022 年 7 月。该标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(TC63SC3)归口。

### 3 主要工作过程

本项目正式立项后，按要求成立了由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、泰州质量检验研究院、北京化学试剂研究所有限责任公司、山东省产品质量检验研究院等单位参加的标准起草小组，起草小组及时制定了工作方案，并于 2021 年 8 月在标准起草工作群向有关生产单位、销售、科研等单位发出征求意见函，征求对原标准的意见，共发出征求意见函约 50 份，群内专家和企业均无意见，同时又对行业内生产企业进行了调研分析，包括各主要生产厂家的生产工艺、实测数据、近三年的生产产量、产品用途等。各生产企业近三年产量见表 1。收到回函 6 份，其中对原标准有建议的 2 份，对原标准无意见的 4 份，详见表 2。

通过查阅国内外相关标准及技术资料，编制了化学试剂草酸钠国内外标准指标对比表（见附表 1）、国内外标准方法对比表（见附表 2）。

2021 年 9 月，我们根据反馈意见和资料，初步确定标准修订内容。其后我们根据修订内容和建议进行试验方法验证，于 2022 年 1 月形成征求意见稿。由泰州市产品质量监督检验院、广东广试试剂科技有限公司两家单位进行了验证。

## 二、标准调研情况、编制原则和主要内容

### 1 调研情况

#### 1.1 有关生产厂生产工艺

1.1.1 重庆川东化工（集团）有限公司：分装。

1.1.2 温州吉象化学股份有限公司

草酸和碳酸氢钠反应→离心→烘干→包装。

### 1.1.3 天津市科密欧化学试剂有限公司

草酸和氢氧化钠反应→分离→干燥→成品。

### 1.1.4 广东广试试剂科技有限公司

草酸和碳酸钠反应→离心→烘干→包装。

## 1.2 各生产销售企业近三年生产或销售情况

各生产企业近三年产量情况见表 1:

表 1 各生产企业近三年产量

生产企业	2019 年(t)	2020 年(t)	2021 年(t)
重庆川东化工(集团)有限公司	1.2	1	0.8
温州吉象化学股份有限公司	10.2	15.5	9.8
天津市科密欧化学试剂有限公司	1.6	2.1	2.6
广东广试试剂科技有限公司	1.7	1.5	2.0

## 1.3 产品用途

化学试剂草酸钠主要用作金属沉淀剂、还原剂、络合剂、掩蔽剂、织物、鞣革整理剂。还可用于斑污墨迹的去除剂。

1.4 草酸钠国内外标准指标对比表(见附表 1)。

1.5 草酸钠国内外标准方法对比表(见附表 2)。

1.6 草酸钠各生产企业检测数据(见附表 3)。

## 2 标准编制原则及依据

标准编制遵循“统一性、协调性、适用性、一致性、规范性”的原则,尽可能与国外先进标准接轨,注重标准的可操作性。以现行标准为依据,经调研和协商,以及试验验证工作后按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第一部分:标准化文件的结构和起草规则》、GB/T20001.4—2015《标准编写规则 第四部分:化学分析方法》和 GB/T 20001.10—2014《标准化工作指南 第 1 部分:标准化和相关活动的通用术语》等规定和要求起草标准草案。

## 3 标准技术内容的确定及修订说明

本次国家标准修订主要依据原标准 GB/T 1289-1994《化学试剂草酸钠》,并参考 GB 1254-2007《工作基准试剂草酸钠》标准、JIS K 8528:2015 和 ACS(2016)标准。

表 2 用户及生产厂家意见汇总

单位名称	意见及建议	意见处理
安谱实验科技有限公司	1、AR 和 GR 级别的参数和美国 ACS 级别的参数类似，但有些并不完全一样，比如测氮杂质，AR 级是总氮，而 ACS 级是氨，建议能和国外先进标准对标，进行统一。 2、阴离子如氯离子测定使用浊度法肉眼观察，对于实验员要求很高，容易引起人为偏差，建议参考阳离子的测定方法，使用仪器法检测。	1、不采纳。总氮的测定包含了氨，更全面合理。 2、不采纳。经过试验验证，化学试剂草酸钠中氯离子的测定因干扰因素太多，不适宜用离子色谱法测定。
重庆川东化工(集团)有限公司	1. 水不溶物试验方法建议增加无钠离子反应的测定方法。 2. 易碳化物质试验方法建议将“加热至硫酸蒸气开始逸出”具体表述为现象，比如“加热至冒白烟”。	1、不采纳。钠盐均为可溶性盐，钠离子的存在对水不溶物的测定无影响。 2、采纳。
广州化学试剂厂	无意见	
广东广试试剂科技有限公司	无意见	
天津市科密欧化学试剂有限公司	无意见	
温州吉象化学股份有限公司	无意见	

### (1) 规格、项目和指标

拟订标准与 GB/T 1289-1994 相比，除编辑性修改外主要变化如下：

规格：本次标准修订仍保持原标准优级纯、分析纯两个级别。

项目：拟订标准比原标准增加“钙、镁”两项检测；修订后标准项目共 14 项。

指标：拟订标准比原标准增加钙、镁 2 项指标，优级纯含量指标提升，pH 值、澄清度试验、水不溶物、干燥失重、氯化物、硫化物、总氮量、钾(K)、铁(Fe)、重金属、易碳化物质 11 项指标不变。

### (2) 分析方法的修订说明

本标准修订过程中，本着积极采用化学试剂基础标准中“通用标准”的原则；测定方法与通则一致的，套用通则书写。本次标准在 JIS 标准和原标准的基础上进行修订。

#### 2.1 含量(Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.1 的规定测定（同原标准）。

#### 2.2 pH 值

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.2 的规定测定（同原标准）。

#### 2.3 澄清度试验

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.1 的规定测定（同原标准）。

#### 2.4 水不溶物

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.2 的规定测定（同原标准）。

## 2.5 干燥失重

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.3 的规定测定（同原标准）。

## 2.6 氯化物(Cl)

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.4 的规定测定（同原标准）。

## 2.7 硫化合物(以 $\text{SO}_4$ 计)

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.5 的规定测定（同原标准）。

## 2.8 总氮量(N)

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.6 的规定测定（同原标准）。

## 2.9 钾(K)

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.7 的规定测定（同原标准）。

## 2.10 铁(Fe)

增加了按 GB/T 9723-2007《化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则》中 7.2.2 的规定测定铁含量的方法。以 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.6 的规定测定（同原标准）的方法作为仲裁法。

## 2.11 钙(Ca)

新增项目，按 GB/T 9723-2007《化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则》中 7.2.2 的规定测定。

## 2.12 镁(Mg)

新增项目，按 GB/T 9723-2007《化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则》中 7.2.2 的规定测定。

## 2.13 重金属(以 Pb 计)

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.9 的规定测定（同原标准）。

## 2.14 易炭化物质

按 GB/T 1289-1994《化学试剂 草酸钠》4.3.10 的规定测定（同原标准）。

### 三、主要试验及验证情况分析

本次标准修订按照拟定的方法，主要针对铁的分析方法及钙、镁的分析方法及指标进行了相关验证，实验数据及结论见实验报告。实验结果表明拟订测定方法可行。

### 四、专利说明

经检索，本标准不涉及专利。

### 五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果等情况

本标准适用于化学试剂生产和使用单位。修订本标准有利于生产企业按标准的要求组织生产，使生产出的化学试剂草酸钠质量达到标准中各个规格的要求。使用企业可按照标准中的规格要求选择合适的符合使用的产品。此标准可以建立起生产企业和使用企业之间的桥梁，在使用有质量保证的产品的同时，也能节约检验成本。

### 六、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况

化学试剂草酸钠有 ACS（2016 版）、日本 JIS K 8525：2015 标准等。本标准技术水平达到国际同类产品的水平。

本标准与 ACS(2016 年版)标准相比,多钙、镁两项;含量、氯化物、总氮量、铁、重金属(以 Pb 计)5 项高于 ACS (2016 版)标准;水不溶物、干燥失重、硫化物(以  $\text{SO}_4$  计)、钾 4 项指标与 ACS 标准相同。

本标准指标与 JIS 标准相比,多钙、镁两项;含量、钾、铁 3 项高于 JIS 标准;氯化物、硫化物(以  $\text{SO}_4$  计)总氮量 3 项指标与 JIS 指标相同。

本标准经与 ACS 标准和 JIS 标准对比,检测方法存在一些微小差异,测定方法中涉及有国标或行标通则的,都采用通则测定。

#### **七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准(强制性标准)的协调性**

本标准依据国家现行的相关法律、法规、规章而修订,与相关法律、法规、规章保持一致。

本标准所涉及的引用标准均为现行有效的化学试剂国家标准及行业标准。本标准引用了强制性国家标准 GB 15258《化学品安全标签编写规定》及 GB 15346《化学试剂 包装及标志》,其余均为推荐性标准。

#### **八、重大分歧意见的处理经过和依据**

在标准的修订中没有产生重大分歧意见。

#### **九、标准性质的建议说明**

本标准为推荐性标准。

#### **十、贯彻标准的要求和措施建议(包括组织实施、技术措施、过渡办法、实施日期等)**

无。

#### **十一、废止现行相关标准的建议**

无。

#### **十二、其它应予说明的事项**

无。

# 化学试剂 草酸钠

## 实验报告

### (广东广试试剂科技有限公司)

#### 一、铁含量测定

称取 8 g 样品，精确至 0.01g，加入适量的热水和 16mL 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。结果见表 3，回收率实验见表 4，精密度试验见表 5。

表 3 铁的测定结果

项目 \ 批号	20210701	20211101
样品+0.0 $\mu$ g, Fe	0.0026	0.0029
样品+10.0 $\mu$ g, Fe	0.0103	0.0111
样品+20.0 $\mu$ g, Fe	0.0164	0.0191
样品+30.0 $\mu$ g, Fe	0.0232	0.0259
待测元素浓度, $\mu$ g/mL	0.038	0.042
待测元素含量, %	0.00019	0.00021

表 4 铁的回收率试验结果

项目 批号	样品实测量 ( $\mu$ g)	标准加入量 ( $\mu$ g)	测得量 ( $\mu$ g)	回收量 ( $\mu$ g)	回收率 (%)
20210701	3.8	10.0	13.1	9.3	93.00
	3.8	20.0	23.1	19.3	96.50
	3.8	30.0	32.8	29	96.67
20211101	4.2	4.0	7.7	3.5	87.5
	4.2	10.0	13.6	9.4	94.00
	4.2	20.0	24.5	20.3	101.6
	4.2	30.0	35.0	30.8	102.7

表 5 铁的精密密度试验结果

批号	$\omega$ (Fe) %	平均值 %	标准偏差 %	相对标准偏差 %	极值相对偏差 %
20210701	0.00018 0.00021 0.00021 0.00016 0.00019 0.00018 0.00017 0.00023	0.00019	0.000024	12.6	26.8
20211101	0.00023 0.00018 0.00024 0.00021 0.00022 0.00019 0.00022 0.00018	0.00021	0.000023	11.0	28.6

铁的工作曲线图

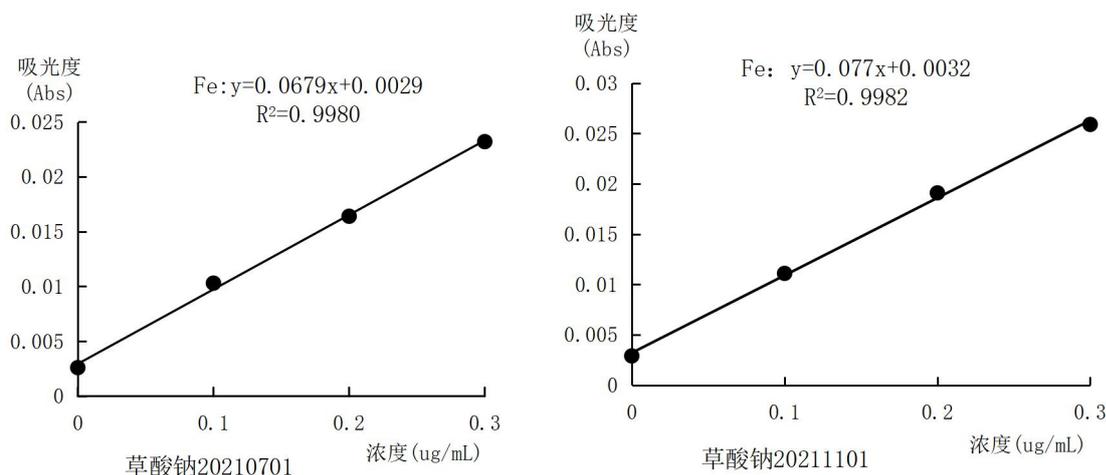


图 1 铁标准加入法工作曲线

结论：按拟定方法测定，铁的实验结果能够达到拟定标准要求。原吸标准加入法线性好，回收率在允许范围内，精密度符合要求，方法可行。考虑到实际生产和应用中，产品实际的检测数据和稳定性数据只是限度制定依据的一个方面，铁是草酸钠中的杂质成分，考虑到如非特殊要求，并非一定要精准数值，在限定范围内即可，所以拟定原标准方法为仲裁法。

## 二、钙含量测定

称取 8 g 样品，精确至 0.01g，加入适量的热水和 16mL 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。结果见表 6，回收率实验见表 7，精密度试验见表 8。

表 6 钙的测定结果

项目	批号	
	20210701	20211101
样品+0.0ug,Ca	0.0057	0.0175
样品+100.0ug, Ca	0.0248	0.0843
样品+200.0ug, Ca	0.0508	0.1405
样品+300.0ug,Ca	0.0603	0.1836
待测元素浓度, ug/mL	0.28	0.420
待测元素含量, %	0.0014	0.0021

表 7 钙的回收率试验结果

批号	项目	样品实测量 (ug)	标准加入量 (ug)	测得量 (ug)	回收量 (ug)	回收率 (%)
20210701		28.0	100	133.5	105.5	105.5
		28.0	200	265.6	237.6	118.8
		28.0	300	346.9	318.9	106.3
20211101		42.0	20.0	65.7	23.7	118.5
		42.0	100.0	146.5	104.5	104.5
		42.0	200.0	248.8	206.8	103.4
		42.0	300.0	335.7	293.7	97.9

表 8 钙的精密度试验结果

批号	$\omega$ (Ca) %	平均值 %	标准偏差 %	相对标准偏差 %	极值相对偏差 %
20210701	0.0013 0.0015 0.0015 0.0012 0.0014 0.0014 0.0013 0.0016	0.0014	0.00013	9.3	28.6
20211101	0.0015 0.0017 0.0015 0.0014 0.0013 0.0016 0.0016 0.0017	0.0015	0.00014	9.3	26.7

钙的工作曲线图

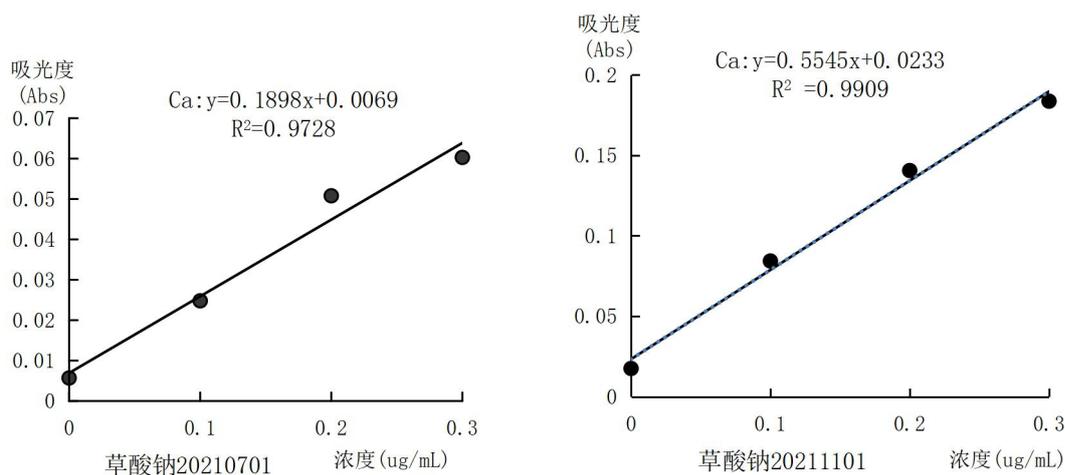


图 2 钙标准加入法工作曲线

结论：按拟定方法测定，钙的实验结果能够达到拟定标准要求。原吸标准加入法线性好，回收率在允许范围内，精密度符合要求，方法可行。

三、镁含量测定

称取 8 g 样品，精确至 0.01g，加入适量的热水和 16mL 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。结果见表 9，回收率实验见表 10，精密度试验见表 11。

表 9 镁的测定结果

项目 \ 批号	20210701	20211101
样品+0.0ug,Mg	0.1225	0.0614
样品+10.0ug, Mg	0.2585	0.2375
样品+20.0ug, Mg	0.3838	0.3873
样品+30.0ug,Mg	0.5201	0.5174
待测元素浓度, ug/mL	0.093	0.048
待测元素含量, %	0.00047	0.00024

表 10 镁的回收率试验结果

批号 \ 项目	样品实测量 (ug)	标准加入量 (ug)	测得量 (ug)	回收量 (ug)	回收率 (%)
20210701	9.3	10	17.9	8.6	86.00
	9.3	20	27.2	17.9	89.50
	9.3	30	36.8	27.5	91.67
20211101	4.8	10.0	15.3	8.6	105.2
	4.8	20.0	25.9	17.9	105.5
	4.8	30.0	34.0	27.5	97.33

表 11 镁的精密度试验结果

批号	$\omega$ (Mg) %	平均值 %	标准偏差 %	相对标准偏差 %	极值相对偏差 %
20210701	0.00043 0.00047 0.00051 0.00046 0.00048 0.00044 0.00055 0.00052	0.00048	0.000041	8.5	25.0
20211101	0.00050 0.00060 0.00058 0.00055 0.00054 0.00047 0.00053 0.00051	0.00054	0.000042	7.8	24.1

### 镁的工作曲线图

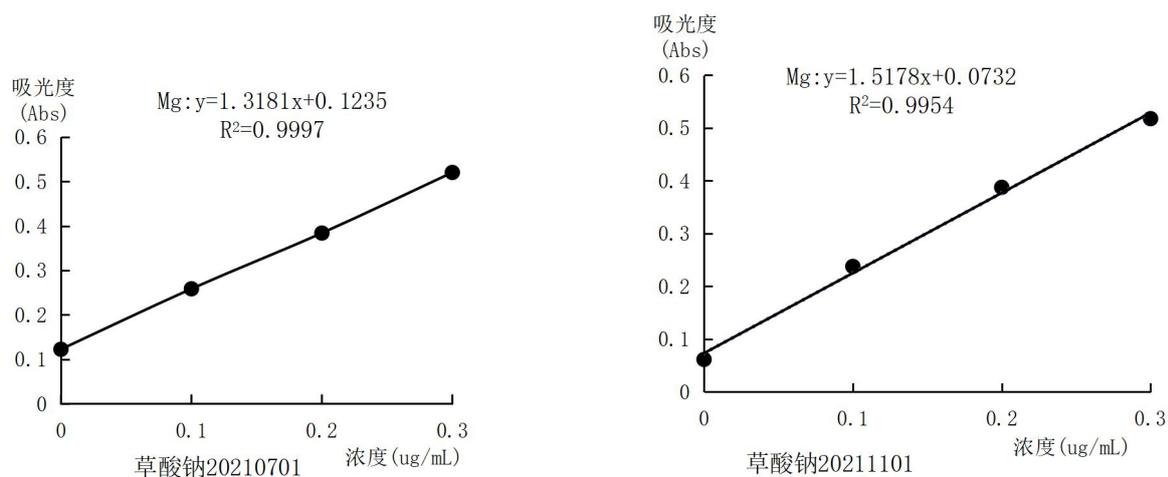


图 3 镁标准加入法工作曲线

结论：按拟定方法测定，钙的实验结果能够达到拟定标准要求。原吸标准加入法线性好，回收率在允许范围内，精密度符合要求，方法可行。

# 化学试剂草酸钠

## 验证报告

验证单位：泰州市产品质量监督检验院

### 一、铁含量测定方法验证

以广州化学试剂厂（广东广试试剂科技有限公司）生产的草酸钠为例，铁的测定数据如表 12（样品浓度 0.1g/100mL），工作曲线图见图 4，回收率实验见表 13。

表 12 铁的测定结果

项目	批号	
	20211214S1	20211214S2
样品+0.0ug,Fe	37.96	37.51
样品+10.0ug, Fe	299.43	292.7
样品+20.0ug, Fe	553.37	573.54
样品+30.0ug,Fe	786.29	816.1
待测元素浓度, ug/mL	0.01778	0.01432
待测元素含量, ug	1.8	1.4
待测元素含量, %	0.00009	0.00007

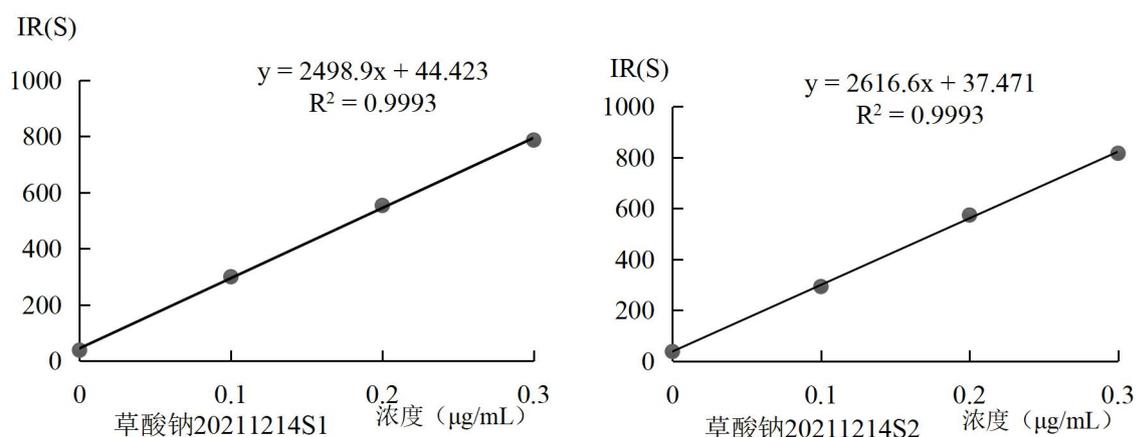


图 4 铁标准加入法工作曲线

按拟定方法做回收率实验，结果见表 13：

表 13 铁的回收率试验结果

批号 \ 项目	样品实测量 (ug)	标准加入量 (ug)	测得量 (ug)	回收量 (ug)	回收率 (%)
20211214S1	1.8	10	12.3	10.5	105.0
	1.8	20	20.1	18.3	91.5
	1.8	30	31.2	29.4	98.0
20211214S2	1.4	10	11.2	9.8	98.0
	1.4	20	21.0	19.6	98.0
	1.4	30	30.3	28.9	96.3

结论：标准加入法线性好，回收率在允许范围内，方法可行。

## 二、钙含量测定方法验证

以广州化学试剂厂（广东广试试剂科技有限公司）生产的草酸钠为例，钙的测定数据如表 14（样品浓度 0.1g/100mL），工作曲线图见图 5。

表 14 钙的测定结果

批号 \ 项目	20211214S1	20211214S2
样品+0.0ug,Ca	0.0154	0.0169
样品+10.0ug, Ca	0.0169	0.0186
样品+20.0ug, Ca	0.0187	0.0203
样品+30.0ug,Ca	0.0202	0.0223
待测元素浓度, ug/mL	0.951	0.939
待测元素含量, ug	95.1	93.9
待测元素含量, %	0.0048	0.0047

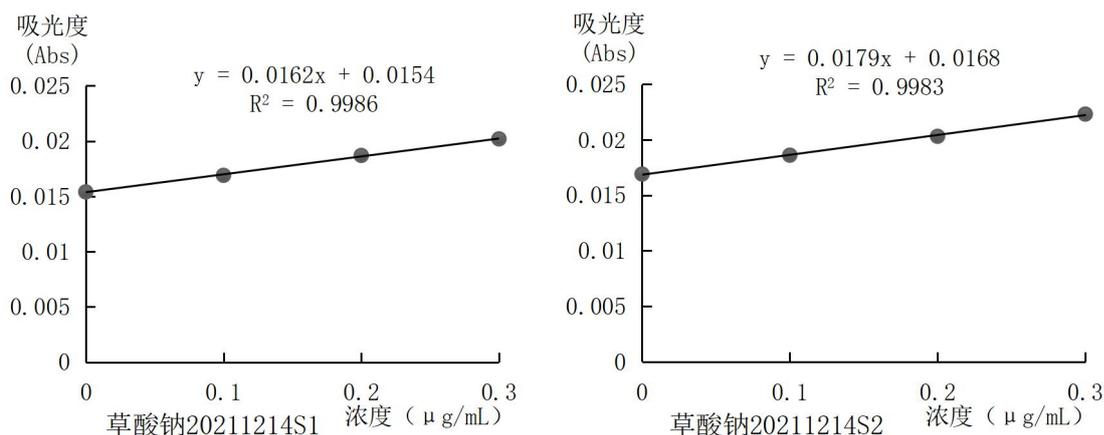


图 5 钙标准加入法工作曲线

按拟定方法做回收实验，结果见表 15：

表 15 钙的回收率试验结果

批号	项目	样品实测量 (ug)	标准加入量 (ug)	测得量 (ug)	回收量 (ug)	回收率 (%)
20211214S1		95.1	10	104.1	9.0	90.0
		95.1	20	114.8	19.7	98.5
		95.1	30	124.2	29.1	97.0
20211214S2		93.9	10	104.2	10.3	103.0
		93.9	20	115.2	21.3	106.5
		93.9	30	124.6	30.7	102.3

结论：标准加入法线性好，回收率在允许范围内，方法可行。

### 三、镁含量测定方法验证

以广州化学试剂厂（广东广试试剂科技有限公司）生产的草酸钠为例，镁的测定数据如表 16（样品浓度 0.1g/100mL），工作曲线图见图 6。

表 16 镁的测定结果

项目	批号	
	20211214S1	20211214S2
样品+0.0ug,Mg	0.0011	0.0015
样品+10.0ug, Mg	0.0161	0.0167
样品+20.0ug, Mg	0.0319	0.0329
样品+30.0ug,Mg	0.0479	0.0489
待测元素浓度, ug/mL	0.0051	0.0076
待测元素含量, ug	0.51	0.76
待测元素含量, %	0.00003	0.00004

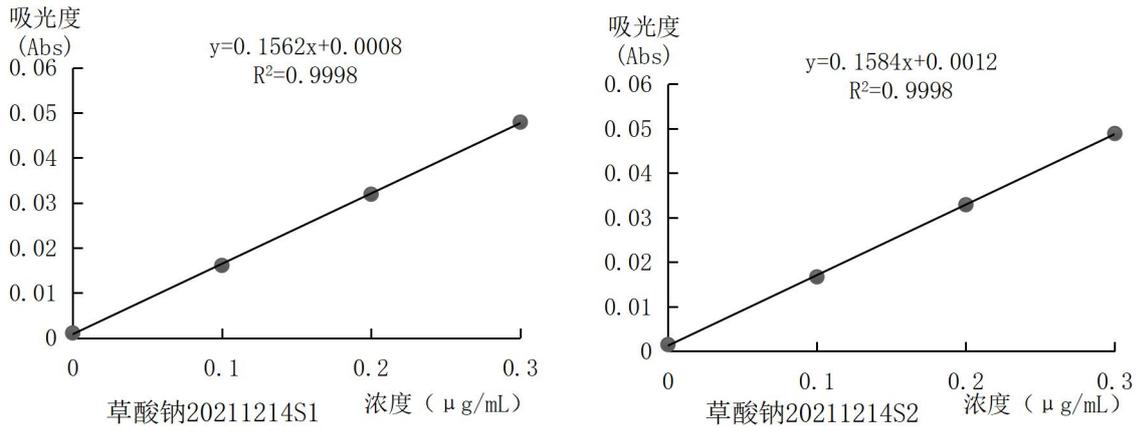


图 6 镁标准加入法工作曲线  
按拟定方法做回收实验，结果见表 17：

表 17 镁的回收率试验结果

批号	项目	样品实测量 (ug)	标准加入量 (ug)	测得量 (ug)	回收量 (ug)	回收率 (%)
20211214S1		0.5	10	10.9	10.4	104.0
		0.5	20	21.2	20.7	103.5
		0.5	30	31.8	31.3	104.3
20211214S2		0.8	10	11.5	10.7	107.0
		0.8	20	20.2	19.4	97.0
		0.8	30	31.8	31.0	103.3

结论：标准加入法线性好，回收率在允许范围内，方法可行。



附表 1:

草酸钠国内外标准指标对比表

检测项目	原国标 GB/T 1289-1994		ACS (2016)	JIS K 8528:2015	拟定标准	
	优级纯	分析纯			优级纯	分析纯
含量( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), w/%	$\geq 99.8$	$\geq 99.8$	$\geq 99.5$	$\geq 99.5$	$\geq 99.9$	$\geq 99.8$
pH 值	7.5~8.5	7.5~8.5	—	6.5~8.5	7.5~8.5	7.5~8.5
澄清度试验	合格	合格	—	合格	合格	合格
水不溶物, %	$\leq 0.005$	$\leq 0.01$	$\leq 0.005$	—	$\leq 0.005$	$\leq 0.01$
干燥失重, %	$\leq 0.01$	$\leq 0.02$	$\leq 0.01$	—	$\leq 0.01$	$\leq 0.02$
氯化物(Cl), %	$\leq 0.001$	$\leq 0.002$	$\leq 0.002$	$\leq 0.001$	$\leq 0.001$	$\leq 0.002$
硫化物(以 $\text{SO}_4$ 计), %	$\leq 0.002$	$\leq 0.004$	$\leq 0.0025$	$\leq 0.002$	$\leq 0.002$	$\leq 0.004$
总氮量(N), %	$\leq 0.001$	$\leq 0.002$	$\leq 0.002$	$\leq 0.001$	$\leq 0.001$	$\leq 0.002$
钾(K), %	$\leq 0.005$	$\leq 0.01$	$\leq 0.005$	$\leq 0.01$	$\leq 0.005$	$\leq 0.01$
铁(Fe), %	$\leq 0.0002$	$\leq 0.0005$	$\leq 0.001$	$\leq 0.001$	$\leq 0.0002$	$\leq 0.0005$
钙(Ca), %	—	—	—	$\leq 0.001$	$\leq 0.001$	—
镁(Mg), %	—	—	—	$\leq 0.001$	$\leq 0.001$	—
重金属(以 Pb 计), %	$\leq 0.001$	$\leq 0.002$	$\leq 0.002$	—	$\leq 0.001$	$\leq 0.002$
易炭化物质	合格	合格	合格	—	合格	合格
铜(Cu), %	—	—	—	$\leq 0.0002$	—	—
铅(Pb), %	—	—	—	$\leq 0.0003$	—	—
磷酸盐, %	—	—	—	$\leq 0.0005$	—	—
硝酸盐, %	—	—	—	合格(约 0.003%以下)	—	—
水溶解试验	—	—	—	合格	—	—

附表 2

草酸钠国内外标准方法对比表

名称	ACS (2016)	JIS K 8528:2015	原国标 GB/T 1289-1994	拟定方法
含量 ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ )	称取 0.25g 干样, 精确至 0.1mg。置于 250ml 烧杯中, 用 100ml 水溶解, 加 3ml 硫酸后缓慢加 20ml 0.1N 的高锰酸钾标准溶液, 加热至 70 度, 用高锰酸钾 B 标准溶液滴定至粉色, 保留 30 秒。	称取 0.2 克样品, 精确至 0.1 毫克。用少量水移入 500 毫升烧杯中, 加 200 毫升水溶解后, 缓慢加 10 毫升硫酸, 加热至 70 度, 加 25 毫升 0.02 摩尔每升的高锰酸钾。待红色消失后, 继续用 0.02 摩尔每升高锰酸钾滴定至溶液呈红色, 红色保持 15 秒为终点。同时做空白试验。按公式计算。	称取 0.2g 试样, 精确至 0.0001g, 溶于 100 mL 含有 8mL 硫酸的水中, 用高锰酸钾标准滴定溶液滴定, 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。	同原方法。
pH 值	——	称取 3 克样品, 加, 90 毫升无二氧化碳的水, 加热溶解, 冷却后, 加水至 100 毫升, 在 25 度恒温水浴中, 在有氮气留存通过下测定 PH 值。	称取 3g 试样, 精确至 0.01g, 溶于 100 mL 无二氧化碳的水中后, 按 GB 9724 之规定测定。	同原方法。
澄清晰度实验	——	取 0.2 毫升氯化物标准溶液 (0.01mg/ml), 置于试管中, 加水 10 毫升, 加, 1 毫升硝酸 (1+2), 1 毫升硝酸银 (20g/L), 加水至 20 毫升, 混匀, 放置 15 分钟。 取 0.5 克试样, 置于试管中, 加水后加热至溶解, 冷却, 加水至 20 毫升。 比较试样与标准液的浊度及悬浮物。	称取 2.5 g 试样, 溶于 100 mL 热水中, 其浊度不得大于 HG 3-1168 中规定的澄清晰度标准: 优级纯, 2 号; 分析纯, 4 号。	同原方法。
水不溶物	溶解 20g 样品于 500ml 水中, 按通则测定。	——	称取 10 g 试样, 溶于 250 mL 沸水中, 冷却至室温, 用已在 105±2℃恒重的 4 号玻璃滤网过滤, 用热水洗涤滤渣至洗液无钠离子反应, 于 105±2℃的电烘箱中干燥至恒重。结果按 GB 9738 中第 7 章之规定计算。	同原方法。
干燥失重	准确称取 10g 样品于已恒重过的表面皿中, 在 105 度干燥至恒重。	——	称取 10g 试样, 精确至 0.0001g, 置于已在 105±2℃恒重的称量瓶中, 于 105±2℃的电烘箱中干燥至恒重。	同原方法。

续附表 2

草酸钠国内外标准方法对比表

名称	ACS (2016)	JIS K 8528:2015	原国标 GB/T 1289-1994	拟定方法
氯化物 (Cl)	取 2.0g 样品, 用水溶解, 加 10ml 硝酸, 必要时过滤。用水稀释至 100ml。取 25ml, 加 1ml 硝酸银试剂溶液, 其浊度不得超过 0.01mg 氯离子与同体积试液同时同样处理。	样品制备: 取 1 克试样于试管中, 用 10 毫升硝酸 (1+2) 溶解后, 加水至 20 毫升。 标准比较溶液: 取 1.0 毫升 0.01 毫克/每升的氯化物, 加 10 毫升硝酸 (1+2), 加水至 20 毫升。 在样品管与试管中, 分别加入 1 毫升硝酸银溶液 (20g/L), 混匀, 放 15min 后, 于黑色背景下比较产生的浊度。	称取 1g 试样, 溶于 10ml 热水及 8ml 硝酸溶液 (25%) 中, 冷却。加 1ml 硝酸银溶液 (17g/L), 稀释至 25ml, 摇匀, 放置 10min, 溶液所呈浊度不得大于标准。	同原方法。
硫化物 (以 SO <sub>4</sub> 计)	样品储备溶液 A 在 400ml 烧杯中, 加 10g 样品, 50ml 水, 混合。加 5.0ml 1% 的碳酸钠试剂溶液, 加 15ml 硝酸和 15ml 30% 的过氧化氢, 盖上盖子在电热板上加热至反应完全。移除盖子, 蒸发至干。加 25ml 稀盐酸 (1:1), 再蒸干, 重复操作一次。用 30ml 水和 1ml 稀盐酸 (1:9) 溶解残渣。过滤, 用水稀至 60ml。 空白溶液 B 加 10ml 1% 的碳酸钠试剂溶液至装有 30ml 硝酸和 30ml 30% 的过氧化氢 400ml 烧杯中, 蒸干。加 100ml 稀盐酸 (1:1), 蒸干。用 30ml 水溶解残渣, 加 2ml 稀盐酸 (1:19), 过滤, 用水稀释至 120ml。 样品, 取 30ml 样品溶液 A。 标准溶液: 取 30ml 空白溶液 B, 分别加 0.05mg 和 0.10mg 的硫酸根。按 P43 方法 1 比较。	样品溶液: 取 3.0 克样品, 于 300 毫升容器中, 加 12 毫升硝酸 (1+2), 5 毫升过氧化氢, 立即盖上盖子, 水浴加热至反应完全, 移除盖子, 再水浴加热, 并蒸干。加 3 毫升硝酸 (1+2) 及 2 毫升过氧化氢, 于水浴上加热, 并蒸干。加 15 毫升盐酸 (2+1), 水浴上加热, 并蒸干。重复操作一次。用水溶解残渣, 转入试管中加 0.3 毫升盐酸 (2+1), 用水稀释至 25 毫升。 标准比较溶液制备: 取 6 毫升 (0.01 毫克/毫升) 硫酸盐, 于 300 毫升容器中, 加 15 毫升硝酸 (1+2), 77 毫升过氧化氢, 水浴加热至反应完全, 水浴蒸干。加 3 毫升盐酸 (2+1), 水浴蒸干。用水溶解残渣, 移入试管中加 3 毫升盐酸 (2+1), 用水稀释至 25 毫升。 在标准溶液与样品溶液中加入 3 毫升 95% 乙醇和 2 毫升氯化钡溶液, 混匀, 放置 30 分钟。黑色背景下比较产生的浊度。	称取 1g 试样, 置于蒸发皿中, 加 4ml 水、4ml 30% 过氧化氢及 4 ml 硝酸, 盖上表面皿, 在水浴上保温 1h, 蒸干。加少量水溶解, 加 6ml 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。	同原方法。



续附表 2

草酸钠国内外标准方法对比表

名称	ACS (2016)	JIS K 8528:2015	原国标 GB/T 1289-1994	拟定方法
总氮量(N)	铵的测定: 取 1g 样品, 溶解于 50ml 无氨的水中, 加 2ml 纳氏试剂, 所生成的颜色不超过 0.02mg 的铵离子, 加 2ml 纳氏试剂的同体积溶液中。	——	称取 2g 试样, 溶于 140ml 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。	同原方法。
钾(K)	样品溶液, 在 200ml 容量瓶中加 5ml 硝酸, 加 5g 样品溶解, 用水稀释至刻度。波长 766.5nm, 样品 0.5g, 标准加入 0.025mg 和 0.05mg, 乙炔、空气-火焰。	样品溶液: 取 1 克样品, 溶于 100 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度。 标准比较溶液: 取 1 克样品及钾标准液 1.0 毫升 (0.1 毫克/毫升) 于 100 毫升容量瓶中。用火焰原子吸收光谱仪在波长 766.5nm, 读取吸, 测定。按公式计算。	称取 6g 试样, 溶于适量的热水中, 冷却, 稀释至 200ml。取 50 ml, 共四份, 按 GB 9723 中 6.2.2 条之规定测定。	同原方法。
铁(Fe)	样品, 取 12ml 溶液溶液 A, 用水稀释至 40ml。标准溶液, 取 0.005mg 和 0.01mg 铁离子, 分别加 12ml 空白溶液 B, 用水稀释至 40ml。样品和标准中分别加入 3ml 盐酸 30mg--50mg 的过硫酸铵, 和 3ml 的硫氰酸安试剂溶液, 按 P40 按方法一测定。	5.0g 样品经前处理后, 稀释至 80ml。 标准溶液: 5g 样品, 加 5.0ml Fe (0.01mg/ml), 经处理, 加水至 80ml。 空白溶液, 与样品前处理相同, 稀释至 5ml。 样品及标准溶液及空白溶液中, 调 PH 值至 5.5, 加入, 5ml NaDDTC 后, 稀释至 100ml。 加乙酸丁酯反复萃取后, 取最终水相, 用火焰原子吸收仪测定。按公式计算。	称取 1g 试样, 溶于 30 ml 热水中, 冷却, 加 2ml 磺基水杨酸溶液 (100 g/L), 摇匀, 加 5ml 氨水溶液 (10%), 摇匀。溶液所呈黄色不得深于标准。	增加了: 称取 8 g 样品, 精确至 0.01g, 加入适量的热水和 16ml 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。
重金属 (以 Pb 计)	样品, 取 9ml 样品溶液 A。 标准溶液: 取 30ml 空白溶液 B, 分别加 0.01mg 和 0.02mg 的铅离子, 及 3ml 样品溶液 A 和 6ml 空白溶液 B。用 1N 乙酸或 10%氨水调节样品溶液和标准溶液的 PH 值至 3 到 4, 用水稀释至 40ml, 混匀。分别加, 5ml 新制备的硫化氢水溶液, 混匀。按 P40 方法 1 测定。	——	称取 2g 试样, 置于蒸发皿中, 加 2 ml 水、4ml 30%过氧化氢及 4 ml 硝酸, 盖上表面皿, 在水浴上保温 1h, 蒸干。加 2 ml 水、1ml 30%过氧化氢及 2 ml 硝酸, 再蒸干。残渣溶于 10ml 水, 用氨水溶液 (10%) 调节溶液 pH 值至 4, 稀释至 20ml。取 15 ml, 按 GB 9735 之规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准。	同原方法。

## 续附表 2

草酸钠国内外标准方法对比表

名称	ACS (2016)	JIS K 8528:2015	原国标 GB/T 1289-1994	拟定方法
易炭化物质	在 1g 样品中加入 10ml 热硫酸。酸的颜色不应超过下列组成的混合物颜色。 0.2ml 氯化钴溶液、0.3ml 氯化亚铁溶液、0.3ml 硫酸铜溶液及 9.2ml 水。	——	称取 1g 试样，置于蒸发皿中，加 10mL 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。	同原方法。
钙 (Ca)	——	样品经前处理后，用火焰原子吸收仪测定吸光度值。	——	称取 8 g 样品，精确至 0.01g，加入适量的热水和 16mL 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，结果按按 GB/T 9723-2007 中 7.2.3 的规定计算。
钙 (Ca)	——	样品经前处理后，用火焰原子吸收仪测定吸光度值。	——	称取 8 g 样品，精确至 0.01g，加入适量的热水和 16mL 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，结果按按 GB/T 9723-2007 中 7.2.3 的规定计算。

附表 3

## 草酸钠 检测数据

检测项目	指标 (AR)	泰州市产品质量监督检验院 (AR)		广州化学试剂厂 (AR)		
		20200501	20210701	20190901	20200501	20210701
含量 ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), w/%	$\geq 99.8$	99.94	99.93	99.87	99.92	99.95
pH 值	7.5~8.5	7.75	7.66	7.54	7.64	7.60
澄清度试验	合格	合格	合格	合格	合格	合格
水不溶物, %	$\leq 0.01$	0.007	0.006	0.008	0.005	0.006
干燥失重, %	$\leq 0.02$	0.014	0.012	0.011	0.010	0.009
氯化物 (Cl), %	$\leq 0.002$	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
硫化物 (以 $\text{SO}_4$ 计), %	$\leq 0.004$	<0.004	<0.004	<0.004	<0.004	<0.004
总氮量 (N), %	$\leq 0.002$	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
钾 (K), %	$\leq 0.01$	0.0006	0.0006	0.0005	0.0005	0.0006
铁 (Fe), %	$\leq 0.0005$	0.000035	0.000026	<0.0005	<0.0005	<0.0005
钙 (Ca), %	--	0.0034	0.0035	--	--	--
镁 (Mg), %	--	0.00020	0.00020	--	--	--
重金属 (以 Pb 计), %	$\leq 0.002$	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
易炭化物质	合格			合格	合格	合格