ICS 71.040.30

CCS G 61

中华人民共和国国家标准

GB/T 1289—XXXX

代替 GB/T 1289-94

化学试剂 草酸钠

Chemical reagent sodium oxalate

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2022.1）

XXXX-XX-XX 发布　　XXXX-XX-XX

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

本文件按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本文件代替GB/T 1289—1994《化学试剂 草酸钠》，与GB/T 1289—1994相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——提高了优级纯草酸钠的技术要求（见5，1994年版的3.1）；

——增加了钙含量技术指标要求和测定方法；

——增加了镁含量技术指标要求和测定方法；

——增加了铁含量测定方法（见5.7,1994年版的4.3.8）

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会（SAC/TC63/SC3）归口。

本文件起草单位：XXX、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

本文件代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 1289—1977、GB/T 1289—1994。

化学试剂 草酸钠

警示——本文件中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本文件并未揭示所有可能的安全问题，使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件规定了化学试剂草酸钠的性状、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。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 化学试剂 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9723 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 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/T 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 性状

试剂草酸钠为白色结晶粉末，溶于水，不溶于乙醇。

分子式：$Na_2C_2O_4$

相对分子质量：134.00（根据2013年国际相对原子质量）

CAS号：62-76-0

5 要求

化学试剂草酸钠技术要求应符合表1的规定。

表 1 草酸钠的技术要求

名称	优级纯	分析纯
含量($Na_2C_2O_4$)，ω/%	≥99.9	≥99.8
pH 值(30g/L，25℃)	7.5～8.5	7.5～8.5
澄清度试验	合格	合格
水不溶物	≤0.005	≤0.01
干燥失量，ω/%	≤0.01	≤0.02
氯化物（以 Cl 计），ω/%	≤0.001	≤0.002
硫化合物（以 SO_4 计），ω/%	≤0.002	≤0.004
总氮量（N），ω/%	≤0.001	≤0.002
钾（K），ω/%	≤0.005	≤0.01
铁（Fe），ω/%	≤0.0002	≤0.0005
钙（Ca），ω/%	≤0.001	——
镁（Mg），ω/%	≤0.001	——
重金属（以 Pb 计），ω/%	≤0.001	≤0.002
易炭化物质	合格	合格

6 试验方法

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。

6.2 草酸钠（$Na_2C_2O_4$）含量测定

6.2.1 试剂

6.2.1.1 硫酸溶液：1+10。

6.2.1.2 高锰酸钾标准滴定溶液：c(1/5$KMnO_4$)=0.1mol/L。

6.2.2 样品测定

称取0.2g试样，精确至0.0001g。溶于100mL硫酸溶液，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30s，同时做空白试验。

6.2.3 试验数据处理

草酸钠（$Na_2C_2O_4$）的质量分数 ω_1，按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.06700}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

V_1——试样消耗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，单位为摩尔每毫升（mol/L）；

0.06700——与1.00mL高锰酸钾标准滴定溶液相当的，以克表示的草酸钠的质量；

m——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后两位，取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.30%。

6.3 pH 值

称取3g试样，精确至0.01g，溶于100mL无二氧化碳的水中后，按GB/T 9724之规定测定。

6.4 澄清度试验

称取4g试样，精确至0.01g，溶于100mL热水中。其浊度不得大于 HG/T 3484中规定的澄清度标准2号。

6.5 干燥失量

6.5.1 仪器设备

6.5.1.1 鼓风干燥箱：能控制温度 105℃±2℃。

6.5.1.2 称量瓶：60mm×30mm。

6.5.2 样品测定

称取10g试样，精确至0.0001g，置于已在105℃±2℃恒量的称量瓶中，于105℃±2℃的鼓风干燥箱中干燥至恒量。

6.5.3 试验数据处理

草酸钠的干燥失量质量分数 ω_2，按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

m_1——干燥前试样质量的数值，单位为克（g）；

m_2——干燥恒量后试样质量的数值，单位为克（g）；

计算结果保留至小数点后两位，取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.10%。

6.6 氯化物（以 Cl 计）含量的测定

6.6.1 试剂

6.6.1.1 硝酸溶液：3+7。

6.6.1.2 硝酸银溶液：17g/L。

6.6.1.3 氯（Cl）标准溶液：0.1mg/mL。

6.6.2 样品测定

称取1g试样，精确至0.01g，溶于10mL热水及8mL硝酸溶液中，冷却。加1mL硝酸银溶液，稀释至25mL，摇匀，放置10min。溶液所成呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量氯的杂质标准溶液：

优级纯：0.01mg Cl；

分析纯：0.02mg Cl。

与试样同时同样处理。

6.7 硫化合物（以 SO_4 计）含量的测定

6.7.1 试剂

6.7.1.1 过氧化氢。

6.7.1.2 硝酸。

6.7.1.3 盐酸溶液：1+1。

6.7.1.4 氢氧化钠溶液：100g/L。

6.7.1.5 硫酸盐（SO_4）标准溶液：0.1mg/mL。

6.7.2 样品测定

称取1g试样，精确至0.01g，置于蒸发皿中，加4mL水、4mL过氧化氢及4mL硝酸，盖上表面皿，在水浴上保持1h，蒸干。加少量水溶解，加6mL盐酸溶液，再蒸干。残渣溶于10mL水（必要时过滤），用氢氧化钠溶液中和，稀释至20mL，加0.5mL盐酸溶液酸化后，按GB/T 9728之规定测定，溶液所呈浊度不得大于标准。

标准是取含下列数量硫酸盐的杂质标准溶液：

优级纯：0.02mg SO_4；

分析纯：0.04mg SO_4。

与试样同时同样处理。

6.8 总氮量（N）的测定

6.8.1 试剂

6.8.1.1 氮（N）标准溶液：0.1mg/mL。

6.8.2 样品测定

称取2g试样，精确至0.01g，溶于140mL热水中，冷却后，按GB/T 609之规定测定，溶液所呈黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量氮的杂质标准溶液：

优级纯：0.02mg N；

分析纯：0.04mg N。

稀释至140mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

6.9 钾（K）含量的测定

6.9.1 试剂

6.9.1.1 钾（K）标准溶液：0.1mg/mL。

6.9.2 仪器设备

原子吸收光谱仪：附有钾空心阴极灯。

6.9.3 样品测定

称取6g样品，精确至0.01g，溶于适量的热水中，冷却，稀释至200mL。取50mL，共四份，按GB 9723中7.2.2条之规定测定。

6.10 铁（Fe）含量的测定

6.10.1 标准比浊法（仲裁法）

6.10.1.1 试剂

6.10.1.1.1 磺基水杨酸溶液：100g/L。

6.10.1.1.2 氨水溶液：2+5。

6.10.1.1.3 铁（Fe）标准溶液：0.1mg/mL。

6.10.1.2 样品测定

称取1g试样，溶于30mL热水中，冷却，加2mL磺基水杨酸溶液，摇匀，加5mL氨水溶液，摇匀，溶液所呈黄色不得深于标准。

标准是取含下列数量铁的杂质标准溶液：

优级纯：0.002mg Fe；

分析纯：0.005mg Fe。

稀释至30mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

6.10.2 原子吸收光谱法

6.10.2.1 试剂

6.10.2.1.1 硝酸。

6.10.2.1.2 铁（Fe）标准溶液：0.1mg/mL。

6.10.2.2 仪器设备

原子吸收光谱仪：附有铁空心阴极灯。

6.10.2.3 样品测定

称取8g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250ml。取50ml，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。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差为不大于30%。

6.11 钙（Ca）含量的测定

6.11.1.1 试剂

6.11.1.1.1 硝酸。

6.11.1.1.2 钙（Ca）标准溶液：0.1mg/mL。

6.11.1.2 仪器设备

原子吸收光谱仪：附有钙空心阴极灯。

6.11.1.3 样品测定

称取8g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250ml。取50ml，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。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差为不大于30%。

6.12 镁（Mg）含量的测定

6.12.1.1 试剂

6.12.1.2 硝酸。

6.12.1.3 镁（Mg）标准溶液：0.1mg/mL。

6.12.1.4 仪器设备

原子吸收光谱仪：附有镁空心阴极灯。

6.12.1.5 样品测定

称取8g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250ml。取50ml，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。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差为不大于30%。

6.13 重金属（以 Pb 计）含量的测定

6.13.1 试剂

6.13.1.1 过氧化氢。

6.13.1.2 硝酸。

6.13.1.3 氨水溶液：2+5。

6.13.1.4 铅（Pb）标准溶液：0.1mg/mL。

6.13.2 样品测定

称取2g样品，置于蒸发皿中，加2mL水、4mL过氧化氢及4mL硝酸，盖上表面皿，在水浴上保温1h，蒸干。加2mL水、1mL过氧化氢及2mL硝酸，再蒸干，残渣溶于10mL水，用氨水溶液调节pH值至4，稀释至20mL。取15mL，按GB 9735之规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准。

标准是取剩余的5mL试样溶液及含下列数量铅的杂质标准溶液：

优级纯：0.01mg Pb；

分析纯：0.02mg Pb。

稀释至15mL，与同体积试样溶液同时同样处理。

6.14 易炭化物质

6.14.1 试剂

6.14.1.1 硫酸：优级纯。

6.14.2 样品测定

称取1g试样，精确至0.01g，置于蒸发皿中，加10mL，加热至冒白烟，冷却至室温。溶液所呈颜色不得深于GB/T 9737中规定的标准色R/8或B/8。

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/T 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 3 类；

——内包装形式：NB-4、NB-5、NB-6；

——外包装形式：用规格为600g/㎡的盒板纸制盒,外层裱紫色电光纸。