



中华人民共和国国家标准

GB/T 9854—2008
代替 GB/T 9854—1988

化学试剂 二水合草酸(草酸)

Chemical reagent—Oxalic acid dihydrate

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

2008-05-15 发布

2008-11-01 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 R20“二水合草酸”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 9854—1988《化学试剂 草酸》,与 GB/T 9854—1988 相比主要变化如下:

——标准名称改为“二水合草酸(草酸)”;

——澄清度试验的规格由“合格”调整为“2 号”、“3 号”、“5 号”(1988 年版的 3.2,本版的第 4 章);

——水不溶物、灼烧残渣、硫酸盐、总氮量、重金属 5 项改用化学试剂通用方法测定(1988 年版的 4.2.2、4.2.3、4.2.5、4.2.6、4.2.9;本版的 5.5、5.6、5.8、5.9、5.12)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准负责起草单位:北京益利精细化学品有限公司。

本标准主要起草人:赵玉峰、赵秀华。

本标准于 1965 年首次发布,于 1976 年第一次修订、1988 年第二次修订。

化学试剂 二水合草酸(草酸)

分子式: $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$

相对分子质量: 126.07(根据 2005 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中二水合草酸的性状、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二水合草酸的检验。

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 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 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 9735 化学试剂 重金属测定通用方法(GB/T 9735—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)
 GB/T 9737 化学试剂 易炭化物质测定通则(GB/T 9737—2008,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 9741—2008 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法(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 采样及检验规则

3 性状

本试剂为无色结晶,在温热、干燥的空气中风化,溶于水和乙醇。

4 规格

二水合草酸的规格见表 1。

表 1

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
含量($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$),w/%	≥99.8	≥99.5	≥99.5
澄清度试验/号	≤2	≤3	≤5
水不溶物,w/%	≤0.002	≤0.005	≤0.01
灼烧残渣(以硫酸盐计),w/%	≤0.01	≤0.02	≤0.05

表 1 (续)

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
氯化物(Cl), w/%	≤0.000 5	≤0.002	≤0.005
硫酸盐(SO ₄), w/%	≤0.001	≤0.002	≤0.005
总氮量(N), w/%	≤0.001	≤0.002	≤0.005
钙(Ca), w/%	≤0.001	≤0.003	≤0.005
铁(Fe), w/%	≤0.000 2	≤0.000 5	≤0.002
重金属(以 Pb 计), w/%	≤0.000 2	≤0.000 4	≤0.001
易炭化物质	合格	合格	合格

5 试验

5.1 警告

本实验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性,一些实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。

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,所用溶液除“乙醇(95%)”为体积分数外,以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 0.2 g 样品,精确至 0.000 1 g。溶于 100 mL 含有 8 mL 硫酸的水中,用高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$] 滴定,近终点时加热至 65℃,继续滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s。同时作空白试验。

二水合草酸的质量分数 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 ——高锰酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——二水合草酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\frac{1}{2}\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=63.04$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 澄清度试验

称取 12 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3484 中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。

5.5 水不溶物

称取 50 g 样品,溶于 400 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.6 灼烧残渣

称取 10 g 样品,按 GB/T 9741—2008 中 4.2 的规定测定,结果按第 5 章的规定计算。

5.7 氯化物

称取 2 g(化学纯取 1 g)样品,溶于 25 mL 水,加 5 mL 硝酸及 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),摇匀,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	0.01 mg Cl;
分析纯	0.04 mg Cl;
化学纯	0.05 mg Cl。

与样品同时同样处理。

5.8 硫酸盐

称取 2 g(化学纯取 1 g)样品,置于蒸发皿中,加 2 mL 水、0.5 mL 无水碳酸钠溶液(50 g/L)、3 mL “30%过氧化氢”及 0.5 mL 硝酸,盖上表面皿,在水浴中保温 1 h,蒸干,加 5 mL 盐酸溶液(20%)再蒸干,残渣溶于 20 mL 水中(必要时过滤),加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是含取下列数量的硫酸盐标准溶液:

优级纯	0.02 mg SO ₄ ;
分析纯	0.04 mg SO ₄ ;
化学纯	0.05 mg SO ₄ 。

与样品同时同样处理

5.9 总氮量

称取 2 g(化学纯取 1 g)样品,溶于 140 mL 水中,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	0.04 mg N;
化学纯	0.05 mg N。

与样品同时同样处理。

5.10 钙

称取 1 g(优级纯取 2 g)样品,置于铂坩埚中,加 1 mL 硫酸,加热至样品全部挥发,于 800℃ 灼烧 20 min,冷却,加 5 mL 盐酸加热溶解,在水浴上蒸干,残渣溶于 50 mL 水。取 10 mL,加 10 mL “乙醇(95%)”、0.5 mL 混合碱及 1 mL 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2 g/L),放置 5 min,用 5 mL 三氯甲烷萃取(温度不超过 30℃),立即比色。有机层所呈紫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钙标准溶液:

优级纯	0.004 mg Ca;
分析纯	0.006 mg Ca;
化学纯	0.010 mg Ca。

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.11 铁

称取 2.5 g 样品,溶于 40 mL 水中,加 2 mL 5-磺基水杨酸溶液(100 g/L),摇匀,加 8 mL 氨水,摇匀,溶液所呈黄色不深于标准比色溶液。

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	0.005 mg Fe;
分析纯	0.013 mg Fe;
化学纯	0.050 mg Fe。

GB/T 9854—2008

与样品同时同样处理。

5.12 重金属

称取 5 g 样品,置于蒸发皿中,加 3 mL 水、5 mL 硝酸及 5 mL“30%过氧化氢”,盖上表面皿,在水浴上保温 1 h,蒸干,加 2.5 mL 硝酸及 2.5 mL 水再蒸干,残渣溶于 20 mL 水中,用氨水溶液(10%)调节溶液 pH 值至 4 后,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗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铅标准溶液:

优级纯·····	0.01 mg Pb;
分析纯·····	0.02 mg Pb;
化学纯·····	0.05 mg Pb。

与样品同时同样处理。

5.13 易炭化物质

称取 1 g 样品,置于干燥的蒸发皿中,加 10 mL 硫酸,加热至硫酸蒸气开始逸出,冷却。溶液所呈颜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体积的 GB/T 9737 中规定的 P 号标准色:

优级纯·····	0.8 mL P 号标准色;
分析纯·····	1.2 mL P 号标准色;
化学纯·····	2.0 mL P 号标准色。

用盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$] 稀释至 10 mL。

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,贮存及运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4、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。