

备案号:2838—1999

HG/T 3453—1999

前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 3453—1981《化学试剂 草酸铵》的修订。

本标准给出优级纯、分析纯、化学纯三个级别,其中优级纯非等效采用 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂 第3部分:规格 第二批》中 R 56“一水合草酸铵”。

本标准与 ISO 6353-3:1987 的差异如下:

——根据我国国情,本标准增列了性状、检验规则、包装及标志三章。

——本标准项目比国际标准多 pH、澄清度试验和水不溶物三项。

——优级纯的含量、重金属二项指标严于国际标准,其他各项与国际标准相同。

——本标准含量测定方法与国际标准基本相同,但存在测定条件上的差异,硝酸盐的测定,国际标准采用马钱子碱比色法,本标准采用靛蓝二磺酸钠比色法;硫酸盐、铁、重金属三项,样品预处理方法与国际标准不同。以上项目实验表明,结果无显著差异。钙的测定,考虑到我国仪器条件的限制,用钙试剂比色法代替国际标准的原子吸收光谱法。其他项目均采用我国化学试剂通用试验方法标准中的相应标准,这套标准基本上是采用 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂 第一部分:通用试验方法》制定的。

本标准与 HG/T 3453—1981 的主要技术差异为:

取消了灼烧残渣一项,增加了硝酸盐、镁、钾、钠、钙五项,在规格及试验方法上做了相应的变动。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3453—1981。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准由上海试剂四厂负责起草。

本标准主要起草人:贾玲。

本标准于1976年首次发布为化学工业部部颁标准,1981年进行了修订。1998年转化为推荐性化工行业标准,并重新进行编号。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3453—1999

化学试剂 草酸铵

代替 HG/T 3453—1981

Chemical reagent—Diammonium oxalate monohydrate

分子式: $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 142.11 (按 1995 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂草酸铵的技术要求、试验方法、检验规则、包装及标志。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
- GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9728—1988 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9729—1988 化学试剂 氯化物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9735—1988 化学试剂 重金属测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9738—1988 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3484—1978 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

3 性状

本试剂为无色结晶,溶于水,不溶于乙醇。

4 规格

草酸铵的规格应符合表 1 规定。

表 1

名 称	优 级 纯	分 析 纯	化 学 纯
含量[(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ ·H ₂ O], %	≥ 99.8	99.5	99.5
pH(50 g/L, 25℃)	6.0~7.0	6.0~7.0	6.0~7.0
澄清度试验	合 格	合 格	合 格
水不溶物, %	≤ 0.003	0.005	0.015
氯化物(Cl), %	≤ 0.000 5	0.001	0.002
硫酸盐(SO ₄), %	≤ 0.005	0.01	0.02
硝酸盐(NO ₃), %	≤ 0.002		
钠(Na), %	≤ 0.001	0.002	0.005
镁(Mg), %	≤ 0.001	0.002	0.005
钾(K), %	≤ 0.001	0.002	0.005
钙(Ca), %	≤ 0.001	0.002	0.005
铁(Fe), %	≤ 0.000 2	0.000 5	0.001
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.000 5	0.001	0.001 5

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,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。

5.1 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,并保持 30 s。同时做空白试验。

质量百分含量按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 71.06}{m \times 1\,000} \times 100$$

$$= \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 7.106}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——草酸铵的质量百分含量, %;

V_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

71.06——草酸铵的摩尔质量 $\{M[1/2(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]\}$, g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.2 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.3 澄清度试验

称取 4 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.....3号;
分析纯.....4号;
化学纯.....6号。

5.4 水不溶物

称取 20 g 样品,溶于 500 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.5 氯化物

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 3 mL 硝酸酸化后,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对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.....0.020 mg Cl。

与样品同时同样处理。

5.6 硫酸盐

称取 0.2 g 样品,置于蒸发皿中,加 2 mL 水,2 mL 硝酸及 30%过氧化氢 2 mL,盖上表面皿,在水浴上保温 1 h,去掉表面皿,蒸干。加 6 mL 盐酸溶液(20%)再蒸干。残渣溶于 10 mL 水中(必要时过滤),加 20%盐酸溶液 0.5 mL 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对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

优级纯.....0.01 mg SO₄;
分析纯.....0.02 mg SO₄;
化学纯.....0.04 mg SO₄。

与样品同时同样处理。

5.7 硝酸盐

称取 0.5 g 样品,溶于 10 mL 水中,加 100 g/L 氯化钠溶液 1 mL 及 1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2)=0.001 \text{ mol/L}$],在摇动下于 10 s~15 s 内加 10 mL 硫酸,放置 10 min。溶液所呈蓝色不得浅于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含 0.01 mg 的硝酸盐(NO₃)标准溶液,与样品同时同样处理。

5.8 钠

按 GB/T 9723 的规定,其中:

5.8.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯;

波长:589.0 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.8.2 测定方法

称取 5 g 样品,溶于水,加 20%盐酸溶液 5 mL,稀释至 100 mL。取 20 mL(化学纯取 10 mL),共四份,按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.9 镁

按 GB/T 9723 的规定,其中:

5.9.1 仪器条件

光源:镁空心阴极灯;

波长:285.2 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.9.2 测定方法

同 5.8.2。

5.10 钾

按 GB/T 9723 的规定,其中:

5.10.1 仪器条件

光源:钾空心阴极灯;

波长:766.5 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.10.2 测定方法

同 5.8.2。

5.11 钙

称取 1 g 样品,置于铂坩埚中,加 1 mL 硫酸,加热至样品全部挥发,于 $(800 \pm 50)^\circ\text{C}$ 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 95%乙醇 10 mL、0.5 mL 混合碱及 2 g/L 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液 1 mL,摇匀,放置 5 min。用 5 mL 三氯甲烷萃取(温度不得超过 30°C),立即比色。有机层所呈紫红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的钙标准溶液:

优级纯.....0.002 mg Ca;

分析纯.....0.004 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。

5.12 铁

称取 1 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 100 g/L 5-磺基水杨酸溶液 2 mL,摇匀,加 10%氨水溶液 5 mL,摇匀。溶液所呈黄色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

优级纯.....0.002 mg Fe;

分析纯.....0.005 mg Fe;

化学纯.....0.010 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.13 重金属

称取 6 g 样品,置于蒸发皿中,加 4 mL 水,10 mL 硝酸及 30%过氧化氢 10 mL,盖上表面皿,在水浴上保温 1 h,去掉表面皿,蒸干。加 16 mL 盐酸溶液(20%)再蒸干。残渣溶于适量水中,用 10%氨水溶液将溶液 pH 值调至 4,稀释至 20 mL,取 15 mL,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取剩余的 5 mL 试液及含下列数量的铅标准溶液:

优级纯.....0.015 mg Pb;

分析纯.....0.030 mg Pb;

化学纯.....0.045 mg Pb。

稀释至 15 mL,与同体积试液同时同样处理。

6 检验规则

按 GB/T 619 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:

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。
