

化学试剂
草酸盐测定通用方法

UDC 543.06:54-41

GB 9730-88

Chemical reagent
General method for the determination of oxalates

本标准等效采用国际标准ISO 6353/1—1982《化学分析试剂——第一部分：通用试验方法》中GM22“草酸盐”。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了将草酸盐转变成偶氮化合物并用比色法进行测定的通用方法。

本标准适用于有机试剂中微量草酸盐的测定。分光光度法的检测范围为1~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ （以 C_2O_4 计），目视比色法的检测范围为0.4~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ （以 C_2O_4 计）。

2 引用标准

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 6682 实验室用水规格

GB 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则（紫外和可见光部分）

3 方法原理

在盐酸介质中，用锌将草酸还原为乙醛酸，乙醛酸与盐酸苯肼反应，生成乙醛酸苯腙。加入氧化剂，使过量的苯肼转化为重氮盐，再与乙醛酸苯腙反应，生成偶氮化合物，在酸性介质中呈粉红色，可用于分光光度法或目视比色法测定。

4 试剂

本标准中所用杂质标准溶液、试剂及制品按GB 602、GB 603之规定配制。

实验用水应符合GB 6682中三级水的规格。

5 仪器和装置

5.1 一般实验室仪器。

5.2 分光光度计：符合GB 9721之规定。

6 操作步骤

按产品标准的规定取样并制备试液。取规定体积的试液（5 mL以下），置于25 mL比色管中，加2 mL盐酸、1 g无砷锌，立即于沸水浴中保温1 min，取出静置2 min，立即倾入盛有0.25 mL盐酸苯肼溶液（10 g/L）的比色管中（勿使锌粒倒出），用水洗涤比色管三次（用吸管操作），每次