



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 9854—2008  
代替 GB/T 9854—1988

GB/T 9854—2008

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

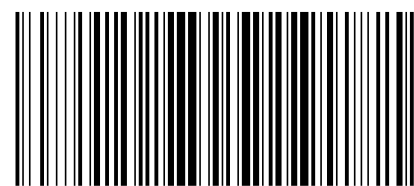
按 GB 15346 的规定进行包装,贮存及运输,并给出标志,其中:

- 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。

## 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)



GB/T 9854—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-32776

定价: 10.00 元

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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
化 学 试 剂 二 水 合 草 酸 ( 草 酸 )

GB/T 9854—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-32776 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 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<sub>4</sub>;  
分析纯·····0.04 mg SO<sub>4</sub>;  
化学纯·····0.05 mg SO<sub>4</sub>。

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。

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 <sub>4</sub> ), 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:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

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。

## 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。