



中华人民共和国国家标准

GB/T 9730—2007
代替 GB/T 9730—1988

化学试剂 草酸盐测定通用方法

Chemical reagent—
General method for the determination of oxalates

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—
Part 1: General test methods, NEQ)

2007-09-26 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂 第1部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 9730—1988《化学试剂 草酸盐测定通用方法》,与 GB/T 9730—1988 相比取消了 1988 年版的附录 A。

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。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云、陈红。

本标准于 1988 年首次发布。

化学试剂

草酸盐测定通用方法

1 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 $1\ \mu\text{g}/\text{mL}\sim 20\ \mu\text{g}/\text{mL}$ (以 C_2O_4 计), 目视比色法的检测范围为 $0.4\ \mu\text{g}/\text{mL}\sim 20\ \mu\text{g}/\text{mL}$ (以 C_2O_4 计)。

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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 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,乙醛酸与盐酸苯胍反应,生成乙醛酸苯胍。加入氧化剂,使过量的苯胍转化为重氮盐,再与乙醛酸苯胍反应,生成偶氮化合物,在酸性介质中呈粉红色,可用目视比色法或分光光度法测定草酸盐。

4 试剂和材料

本标准除另有规定外,所用标准溶液、制剂及制品,均按 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。

5 仪器

5.1 一般实验室仪器。

5.2 分光光度计应符合 GB/T 9721 的规定。

6 测定

6.1 目视比色法

按产品标准的规定取样并制备试液。取 5 mL 试液,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 盐酸苯胍溶液(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 1 mL,将洗液并入盛有盐酸苯胍溶液的比色管中(此时溶液的体积不得超过 10 mL)。在沸水浴中保温 1 min,在流水中迅速冷却,用盐酸稀释至 25 mL,加 0.25 mL 铁氰化钾溶液(50 g/L),摇匀。溶液所呈粉红色与标准比色溶液比较。

标准比色溶液的制备是取规定量的草酸盐(C_2O_4)标准溶液,稀释至 5 mL,与同体积试液同时同样