

中华人民共和国国家标准

GB/T 11213.2—2007
代替 GB/T 11213.2—1989

化纤用氢氧化钠 氯化钠含量的测定 分光光度法

Sodium hydroxide for chemical fiber use—Determination of sodium chloride
content—Spectrometric method

2007-08-13 发布

2008-02-01 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



中华人民共和国
国家标准
化纤用氢氧化钠 氯化钠含量的测定
分光光度法

GB/T 11213.2—2007

*

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 8 千字

2008年1月第一版 2008年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30371

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

前 言

GB/T 11213《化纤用氢氧化钠》分为以下几部分：

- 第 1 部分：化纤用氢氧化钠 氢氧化钠含量的测定；
- 第 2 部分：化纤用氢氧化钠 氯化钠含量的测定 分光光度法；
- 第 3 部分：化纤用氢氧化钠 钙含量的测定 EDTA 络合滴定法；
- 第 4 部分：化纤用氢氧化钠 硅含量的测定 还原硅钼酸盐分光光度法；
- 第 5 部分：化纤用氢氧化钠 硫酸盐含量的测定；
- 第 7 部分：化纤用氢氧化钠 铜含量的测定 分光光度法。

本部分为 GB/T 11213 的第 2 部分，对应于日本标准 JIS K 1200-3-1:2000《工业用氢氧化钠 第 3 部分：氯化物含量的测定 第 1 节：硫氰酸汞吸光光度分析方法》(日文版)。本部分与 JIS K 1200-3-1:2000 的一致性程度为修改采用。

本部分与日本标准 JIS K 1200-3-1:2000 主要差异为：

- 适用的氯化钠含量范围不同；
- 在硫氰酸汞溶液配制时加入无水乙醇增加溶解和稳定性，提高显色效果；
- 依据试样氯化钠含量范围调整了配制的操作方法；
- 氯化钠标准溶液的代表方法不同；
- 结果计算公式有变化；
- 废液处理内容以附录形式给出。

本部分代替 GB/T 11213.2—1989《化纤用氢氧化钠中氯化钠含量的测定 分光光度法》。

本部分与 GB/T 11213.2—1989 相比主要变化如下：

- 增加“前言”；
- 增加“试剂硝酸铁溶液制备方法”(见 4.4 中方法 2)；
- 取样量不同(1989 版的第 5 章；本版的 6.2)；
- 试料溶液的制备不同(1989 版的第 5 章；本版的 6.2)；
- 计算氯化钠含量公式不同(1989 版的第 8 章；本版的第 7 章)；
- 增加“试验报告”章(见第 9 章)；
- 增加附录 A。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会氯碱分会(SAC/TC 63/SC 6)归口。

本部分起草单位：锦西化工研究院、杭州电化集团有限公司。

本部分主要起草人：胡立明、蒋岳芳、李富荣、陈沛云、谭琛。

本部分 1989 年首次发布。

请注意本部分的某些内容有可能涉及专利。本部分的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

化纤用氢氧化钠 氯化钠含量的测定

分光光度法

1 范围

GB/T 11213 的本部分规定了化纤用氢氧化钠中氯化钠含量的测定方法。

本部分适用于氢氧化钠中氯化钠含量为 0.000 2%~0.02% 的产品。

2 规范性引用文件

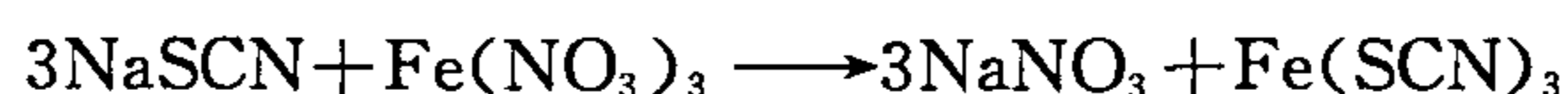
下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

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)

3 原理

试样中的氯离子(Cl^-)全部取代硫氰酸汞中的硫氰酸根(SCN^-),被取代的硫氰酸根(SCN^-)与硝酸铁反应生成硫氰酸铁,显红色,在波长 450 nm 处,对有色溶液进行光度测定。反应式如下:



4 试剂和材料

本方法所用试剂和水,均为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相应纯度的水。试验中所需标准溶液、制剂及制品,除本部分规定外,均按 GB/T 603 规定制备。试剂的配制及贮存、采样、测定均应在无氯、无氯化氢的环境中进行。

4.1 硝酸。

4.2 硝酸铁 $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 。

4.3 过氧化氢。

4.4 硝酸铁溶液:8 g/L(以 Fe 计)。

硝酸铁溶液两种配制方法任选其一。

方法 1:在 500 mL 锥形瓶中,加入约 4.0 g 纯铁(纯度>99.5%),精确至 0.01 g,加 80 mL 水,再小心地加入 80 mL 硝酸(4.1),在通风柜中将溶液缓慢加热至沸腾,待反应进行完毕,亚硝酸气全部被驱除后,再加入几滴过氧化氢(4.3),使溶液脱色,继续煮沸 2 min,停止加热,冷却后将溶液全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

方法 2:在 500 mL 锥形瓶中,加入约 29.0 g 硝酸铁 $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$,精确至 0.01 g,加 60 mL 水,再小心地加入 60 mL 硝酸(4.1),在通风柜中将溶液缓慢加热至沸腾,待反应进行完毕,亚硝酸气全部被驱除后,再加入几滴过氧化氢(4.3),使溶液脱色,继续煮沸 2 min,停止加热,冷却后将溶液全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5 硫氰酸汞溶液:0.5 g/L。

称取 0.1 g 硫氰酸汞[$\text{Hg}(\text{SCN})_2$],称准至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 无水乙醇,在不断搅拌下,再加 150 mL 温水,使之溶解。然后,将溶液过滤至 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6 氯化钠标准溶液:0.1 mg/ mL。

称取预先在 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠基准试剂 0.1 g,精确到 0.000 1 g,置于烧杯中,加入少量水溶解,再将溶液全部移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7 氯化钠标准溶液:0.01 mg/ mL。

吸取 20.0 mL 氯化钠标准溶液(4.6),置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 酚酞指示溶液:10 g/L。

5 仪器和设备

一般实验室仪器和分光光度计。

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

6.1.1 标准比色溶液的配制

依次吸取 0.0 mL,2.0 mL,4.0 mL,6.0 mL,8.0 mL,10.0 mL,12.0 mL,15.0 mL 氯化钠标准溶液(4.7),分别置于 50 mL 容量瓶中,然后,在每个容量瓶中依次加入 5 mL 硝酸(4.1)、5 mL 硝酸铁溶液(4.4)和 20 mL 硫氰酸汞溶液(4.5),用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min 显色。

6.1.2 标准比色溶液吸光度的测定

用分光光度计,于波长 450 nm 处,以水调整分光光度计零点,选用 4 cm 或 5 cm 吸收池进行吸光度的测定。

6.1.3 标准曲线的绘制

以 50 mL 标准比色溶液中氯化钠的质量(mg)为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标,扣除空白溶液的吸光度,绘制标准曲线。

6.2 试样溶液的制备

6.2.1 称取相当于 20 g 氢氧化钠的固体或液体实验室样品,称准至 0.01 g,用水溶于 200 mL 容量瓶中,稀释至刻度。摇匀。

6.2.2 当 50 mL 标准比色溶液中氯化钠的质量大于 0.15 mg 时,吸取 6.2.1 中试样溶液,稀释适当倍数,测定按 6.4 操作。计算结果依据试样溶液的稀释倍数,式(1)乘以相应的稀释倍数。

6.3 空白试验

空白试验与试样测定同时进行,其测定程序和所用试剂量均与测定试样时相同,只是不加试样溶液及中和试样时用的硝酸。

6.4 测定

吸取 10.0 mL 试样溶液(6.2),置于 50 mL 容量瓶中,加 1~2 滴酚酞(4.8)作指示剂,在水中边摇边慢慢加入硝酸(4.1)中和,冷却至室温后,加 5.0 mL 硝酸(4.1)、5.0 mL 硝酸铁溶液(4.4)和 20.0 mL 硫氰酸汞溶液(4.5),用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min 显色,以下按 6.1.2 规定进行。

7 结果计算

氯化钠的质量分数 w ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times (10/200)} \times 100 = \frac{2m_1}{m_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_0 ——试样质量的数值，单位为克(g)；

m_1 ——由标准曲线获得与所测试样吸光度相对应的氯化钠质量的数值，单位为毫克(mg)。

8 允许差

平行测定结果之差的绝对值：氯化钠含量小于或等于 0.007% 时，不应超过 0.000 5%；氯化钠含量大于 0.007% 时，不应超过 0.001%。取其平均值为测定结果。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 识别测试样品所需的全部信息；
- b) 使用的标准；
- c) 试验结果，包括各单次试验结果和它们的算术平均值；
- d) 与规定的分析步骤的差异；
- e) 试验中观察到的异常现象说明；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
处理废液的方法

为了防止含汞废液的污染,应将汞量法测定氯化钠后所得的废液进行处理。

A.1 原理

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

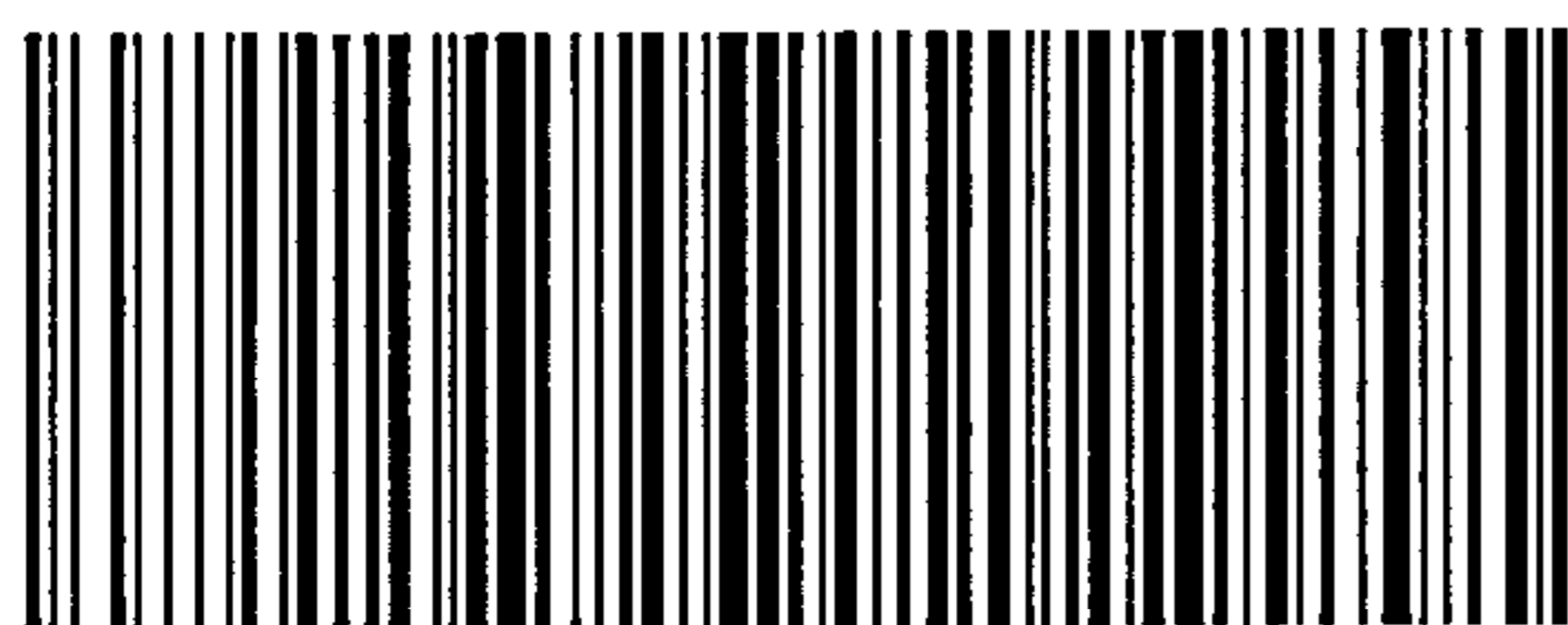
A.2 操作步骤

将废液收集于约 50 L 的容器中,当废液量达 40 L 左右时,依次加入 400 mL 40%工业氢氧化钠溶液、100 g 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),搅匀。10 min 后慢慢加入 400 mL 30%过氧化氢溶液,充分混合,放置 24 h 后将上部清液排入废水中,沉淀物转入另一容器中,回收。

A.3 硫化汞的说明

硫化汞(又名辰砂)沉淀物的溶度积常数为 3×10^{-52} ,可认为它不溶于水,对人体本身无害。

美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



GB/T 11213.2-2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30371