

中华人民共和国国家标准

化纤用氢氧化钠中铜含量的测定 分光光度法

GB 11213.7—89

Sodium hydroxide for chemical fiber
use—Determination of copper mass
fraction—Spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化纤用氢氧化钠中铜含量的测定方法。

本方法适用于氢氧化钠中铜含量为 0.00001 %~0.0001 % 的产品。

2 原理

试样中的铜被抗坏血酸还原后与 2,2'-联喹啉作用,形成一种紫色络合物,用异戊醇萃取该络合物,再用分光光度计在波长 545 nm 处测定其吸光度。

3 试剂或材料

试验中,限于用分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

- 3.1 氢氧化钠(GB 629)。
- 3.2 无水硫酸钠(HG 3—123)。
- 3.3 盐酸(GB 622)。
- 3.4 异戊醇(HG 3—996)。
- 3.5 (+)-酒石酸(GB 1294)溶液:500 g/L。
- 3.6 氢氧化钠(GB 629)溶液:500 g/L。
- 3.7 L-抗坏血酸溶液:100 g/L。
- 3.8 2,2'-联喹啉络合剂:0.5 g/L 异戊醇溶液。称取 0.25 g 2,2'-联喹啉,溶于 500 mL 异戊醇中。
- 3.9 溴水(HG 3—900)。
- 3.10 甲基橙(HGB 3089)指示剂:0.5 g/L 溶液。
- 3.11 硫酸(GB 625)溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=3 \text{ mol/L}$ 。
- 3.12 铜标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$ 。称取 0.393 g 五水硫酸铜(GB 665),溶于水中,加 25 mL 硫酸(3.11),用水稀释至 1000 mL。

吸取 10.0 mL 上述溶液,用水稀释至 100 mL。

- 3.13 精密 pH 试纸:5.5~7.0。

4 仪器和设备

一般实验室设备和分光光度计。

5 试样溶液的制备

用已知质量的称量瓶,迅速称取 10 g 氢氧化钠试样,称准至 0.01 g,移至 400 mL 烧杯中,加入 100 mL 水、1 滴甲基橙(3.10),用盐酸(3.1)中和,当溶液由黄色变为橙色时再过量加 5 mL,加入 10 mL 溴水(3.9),加热煮沸,驱除剩余的溴,进行冷却。

6 试验程序

6.1 空白试验

空白试验与试样测定同时进行,其测定手续和所用试剂量均与测定试样时相同,只是用试剂氢氧化钠(3.1)代替试样,测定吸光度。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 标准比色溶液的配制

依次吸取 0.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL 铜标准溶液(3.12),分别置于 6 个 100 mL 烧杯中,依次加水稀释至约 30 mL,再转移至 500 mL 分液漏斗中,加水稀释至 400 mL,然后加 2.0 mL 酒石酸溶液(3.5),用氢氧化钠(3.6)以 pH 试纸(3.13)做指示,调节溶液 pH 为 6.0 左右,再加入 2.0 mL 抗坏血酸溶液(3.7),充分混匀,放置 5 min,加入 10.0 mL 2,2'-联喹啉(3.8),振摇约 2 min,用 20 mL 异戊醇(3.4)萃取,经两次萃取后,把萃取物放入 100 mL 烧杯中,加入 2 g 无水硫酸钠(3.2),充分搅拌,以除掉其中的痕量水,进行过滤,滤液收集在 50 mL 容量瓶中,再每次用 2 mL 异戊醇(3.4)洗涤两次,洗涤液也并入 50 mL 容量瓶中,最后用异戊醇(3.4)稀释至刻度。

6.2.2 标准比色溶液吸光度的测定

将配制好的标准比色溶液(6.2.1)选用 4 或 5 cm 吸收池,在 545 nm 处,以异戊醇(3.4)调整分光光度计的零点,然后,分别测定标准比色溶液的吸光度。

6.2.3 标准曲线的绘制

从标准比色溶液的吸光度中扣除试剂空白的吸光度,以 50 mL 标准比色溶液中所含的铜的质量(μg)为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7 试样吸光度的测定

将试样溶液(第 5 章)全部移入 500 mL 分液漏斗中,用水稀释至约 400 mL,然后加入 2.0 mL 酒石酸(3.5),用氢氧化钠(3.6)以 pH 试纸做指示,调节溶液 pH 为 6.0 左右,再加入 2.0 mL 抗坏血酸溶液(3.7),充分混匀,放置 5 min,加入 10.0 mL 2,2'-联喹啉(3.8),振摇约 2 min,用 20 mL 异戊醇(3.4)萃取,经两次萃取后,把萃取物放入 100 mL 烧杯中,加入 2 g 无水硫酸钠(3.2),充分搅拌,以除掉其中的痕量水,进行过滤,滤液收集在 50 mL 容量瓶中,每次用 2 mL 异戊醇洗涤两次,洗涤液也并入 50 mL 容量瓶中,最后用异戊醇(3.4)稀释至刻度。

用 4 或 5 cm 的吸收池,在 545 nm 处以异戊醇(3.4)调整分光光度计的零点,测定试样溶液(第 5 章)的吸光度。

8 试验结果的计算

由标准曲线(6.2.3)上查出与所测试样吸光度相对应的铜的质量(μg)。

铜(Cu)的百分含量(x)按下式计算:

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: m_1 —— 与试样溶液吸光度相对应的铜的质量, μg ;

m_2 —— 与空白试验溶液吸光度对应的铜质量, μg ;

m —— 试样质量, g。

9 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值不应超过 0.000 02 %。取其平均值为测定结果。

附加说明:

本标准由全国化学标准化技术委员会提出,由化学工业部锦西化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部锦西化工研究院负责起草。

本标准主要起草人范雨霞。

本标准等同采用英国标准 BS 4130—67 之附件 G《铜含量的测定方法》。

 **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