



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
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
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2008年1月第一版

*

书号:155066·1-30371

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

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；
- 氯化钠标准溶液表示方法不同；
- 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

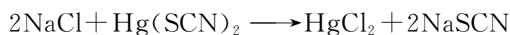
下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

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。