



中华人民共和国国家标准

GB/T 11200.3—2008
代替 GB/T 11200.3—1989

高纯氢氧化钠试验方法 第 3 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收法

Test methods of high-purity sodium hydroxide—Part 3: Determination
of calcium contents—Flame atomic absorption method

2008-06-18 发布

2009-02-01 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

前 言

GB/T 11200《高纯氢氧化钠试验方法》预计分为以下三部分：

- 第 1 部分：氯酸钠含量的测定 邻-联甲苯胺分光光度法；
- 第 2 部分：三氧化二铝含量的测定 分光光度法；
- 第 3 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收法。

本部分为 GB/T 11200 的第 3 部分，本部分修改采用日本标准 JIS K 1200-8-1:2000《工业用氢氧化钠 第 8 部分 第 1 节 钙含量的测定 火焰原子吸收法》(日文版)。

本部分与 JIS K 1200-8-1:2000 的主要技术性差异为：

- 修改了钙标准溶液的表示方法；
- 根据产品质量状况，对标准曲线中钙标准溶液用量进行了调整；
- 修改了结果计算公式。

本部分代替 GB/T 11200.3—1989《离子交换膜法氢氧化钠中钙含量的测定 火焰原子吸收法》。

本部分与 GB/T 11200.3—1989 相比主要变化如下：

- 修改了标准名称；
- 增加了“前言”；
- 修改了取样量(1989 版的 6.1；本版的 6.1)；
- 修改了试样溶液的制备(1989 版的 6.1；本版的 6.1)；
- 增加了以工作曲线法为主体的操作方法和添加抗干扰剂氯化镧溶液(本版的 6.2)；
- 根据产品质量状况，对标准曲线中钙标准溶液用量进行了调整(1989 版 6.2；本版的 6.2.1)；
- 修改了氧化钙含量计算公式(1989 版的第 8 章；本版的第 7 章)。

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、唐山冀东氯碱有限公司。

本部分主要起草人：胡立明、陈沛云、王志芳、李富荣、田友利。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11200.3—1989。

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。

高纯氢氧化钠试验方法

第3部分:钙含量的测定

火焰原子吸收法

1 范围

GB/T 11200 的本部分规定了用原子吸收光谱分析法测定工业用氢氧化钠中钙含量的方法。
本部分适用于钙含量(以氧化钙计)大于 0.000 035% 的产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 11200 的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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

3 原理

用盐酸将试样酸化,采用原子吸收方法,在乙炔-空气火焰下为消除干扰物,可添加镧离子后测定钙。

4 试剂和材料

本方法所用试剂和水,为高纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水或相应纯度的水。

4.1 盐酸:钙含量小于 0.000 005%。

4.2 氯化镧溶液:5 g/L(溶液中钙含量小于 0.000 01%)。

4.3 可按以下任一方法制取:

a) 将 5.9 g 氧化镧(La_2O_3)溶于 15 mL 盐酸中,移入 1 000 mL 的容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

b) 将 13.4 g 氯化镧($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.4 氯化钠酸性溶液:58.5 g/L

称取 29 g 氯化钠置于 500 mL 锥形瓶中,加 250 mL 水及 40 mL 盐酸溶解,煮沸 5 min 后,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

4.5 钙标准溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$

称取预先经 250 $^{\circ}\text{C}$ 烘干并恒量的碳酸钙(纯度 $>99.99\%$)0.249 7 g,精确到 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,再将 10 mL 盐酸和 15 mL 水混合后注入烧杯中,然后将溶液全部移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。备用。

注:可购买市售的原子吸收光谱用标准溶液

4.6 钙标准溶液:10 $\mu\text{g}/\text{mL}$

吸取 20.0 mL 钙标准溶液(4.5),置于 200 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,该溶液使用前配制。

5 仪器和设备

一般实验室仪器和以下仪器。