

ICS 71.060.40
G 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 22651—2008

GB/T 22651—2008

工业用氢氧化钠 汞含量的测定 分光光度法

Sodium hydroxide for industrial use—
Determination of mercury content—Spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
工业用氢氧化钠
汞含量的测定 分光光度法
GB/T 22651—2008

*
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 7 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

*
书号: 155066·1-35940 定价 10.00 元

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



GB/T 22651—2008

2008-12-30 发布

2009-08-01 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

该溶液 25 ℃下有效期两周。

4.11 双硫脲三氯甲烷溶液:1.5 mg/L。

量取适量体积的双硫脲三氯甲烷溶液(4.10),稀释 100 倍。此溶液使用前配制,避光保存。

4.12 汞标准溶液:0.1 mg/mL。

4.13 汞标准溶液:1 μg/mL。

量取适量体积的汞标准溶液(4.12),稀释 100 倍。此溶液使用前配制。

5 仪器和设备

一般的实验室仪器和分光光度计。

用于汞含量测定的仪器,包括试剂、试样的器皿,先用硝酸洗涤,再用硫酸溶液(4.5)与高锰酸钾溶液(按 4:1 体积配制)洗涤,最后用水清洗。

6 分析步骤

6.1 标准曲线绘制

6.1.1 标准溶液的配制

取六个 500 mL 分液漏斗,用滤纸擦干下颈部,并塞入一小团滤纸。于每个分液漏斗中加 30 mL 硫酸溶液(4.4),依次量取 0.0 mL,2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL,6.0 mL,8.0 mL 汞标准溶液(4.13)分别置于六个分液漏斗中,用水稀释至 300 mL。之后加 1.0 mL 盐酸羟胺溶液、10.0 mL 乙酸溶液和 10.0 mL EDTA 二钠溶液,再加 25.0 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(4.11),用力震荡 1 min,静置 10 min。

6.1.2 吸光度测定

以三氯甲烷调整分光光度计的零点,于波长 490 nm 处,选用适宜的比色皿,测定吸光度。

6.2 试样溶液制备

将实验室样品称量(m_1)后,称取相当于氢氧化钠 20 g 的实验室样品(m_2)(称前震荡),精确到 0.01 g,置于烧杯中,加水溶解,加 5 mL 高锰酸钾溶液,边搅拌边加 85 mL 硫酸溶液(4.4),盖上表面皿,煮沸 10 min,冷却至室温。再滴加盐酸羟胺溶液,至溶液褪色,再过量约 0.25 mL,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度。摇匀。

6.3 试料中汞含量的测定

6.3.1 试料制备

量取适量体积的试样溶液,置于预先用滤纸擦干下颈部并塞有一小团滤纸的分液漏斗中。

6.3.2 空白试验

不加试料,采用与测定试料完全相同的分析步骤、试剂和用量进行测定。

6.3.3 汞的萃取

向试料中加 30 mL 硫酸溶液(4.4),用水稀释至 300 mL,加 1.0 mL 盐酸羟胺溶液、10.0 mL 乙酸溶液和 10.0 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,再加 25.0 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(4.11),用力震荡 1 min,静置 10 min。

6.3.4 吸光度的测定

按 6.1.2 测定吸光度,用于计算试料中汞含量(w_1)。

6.4 吸附在样品瓶壁上汞含量的测定

将实验室样品瓶中的样品全部倒空,向空的样品瓶中加 10 mL 高锰酸钾溶液和 40 mL 硫酸溶液(4.5),用力摇动 1 h。将洗液移入烧杯中,盖上表面皿,煮沸 10 min,冷却至室温。再滴加盐酸羟胺溶液至溶液褪色,再过量约 0.25 mL,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度。摇匀。以下按 6.1.2 测定吸光度,用于计算吸附在瓶壁上的汞含量(w_2)。

前 言

本标准与英国标准 BS 6075-10:1981《工业用氢氧化钠 取样和试验方法 第 10 部分 汞含量的测定(光度法)》(英文版)的一致性程度为非等效。

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氯碱分技术委员会归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院、新疆中泰化学有限公司、青岛海晶化工集团有限公司。

本标准起草人:陈沛云、郑新洲、段万山、李富荣、田友利。

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