

ICS 71.060.40
G 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 11213.3—2003
代替 GB/T 11213.3—1989

GB/T 11213.3—2003

化纤用氢氧化钠 钙含量的测定 EDTA 络合滴定法

Sodium hydroxide for chemical fiber use—Determination of the calcium content
—EDTA complexometric method

中华人民共和国
国家标准
化纤用氢氧化钠 钙含量的测定
EDTA 络合滴定法
GB/T 11213.3—2003

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字

2004年2月第一版 2004年2月第一次印刷

印数 1—1 500

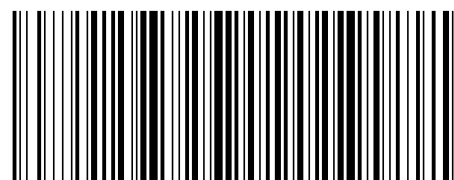
*

书号: 155066·1-20411 定价 8.00 元

网址 www.bzcbbs.com

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 11213.3—2003

2003-08-25 发布

2004-02-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

4.10.1 溶液制备

称取 7.5 g EDTA 二钠,置于烧杯中,加水溶解,将溶液全部移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.10.2 溶液标定

量取 25.00 mL 氯化钙标准参比溶液置于 250 mL 锥形瓶中,加 25 mL 水,加 1 滴甲基橙指示液,用氢氧化钠溶液中和至溶液由橙色变为黄色,依次加入 5 mL 三乙醇胺溶液、10 mL 氢氧化钠溶液、15 mL 乙醇和 1.0 mL GBHA 指示液,混匀(此时溶液的 pH 值应大于 12,如果 pH 值小于或等于 12 时需补加足够的氢氧化钠溶液)。放置 2 min 后,用 EDTA 二钠标准滴定溶液(4.10)滴定,直至溶液的颜色与标准比对溶液相一致时为终点。滴定应在 3 min 内完成。

4.11 EDTA 二钠标准滴定溶液: $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.002 \text{ mol/L}$ 。

量取 25.00 mL EDTA 二钠标准滴定溶液(4.10),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液应使用前配制。

4.12 乙二醛缩双(2-羟基苯胺)(GBHA)指示液:2.5 g/L。

称取 0.25 g GBHA 置于暗色具塞磨口瓶中,加 100 mL 乙醇使其完全溶解。每周更换一次。

4.13 甲基橙指示液:0.5 g/L。

5 仪器

一般实验室仪器。

6 分析步骤

6.1 试料

称取相当于(10~16) g 氢氧化钠的固体或液体实验室样品(精确到 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中。

6.2 试料溶液的制备

固体试料用约 50 mL 水溶解,液体试料用水稀释至约 50 mL,冷却至室温。加 1 滴甲基橙指示液,边冷却边徐徐往烧杯中加盐酸(4.1),中和至溶液由黄色变为橙色,然后加 3 mL 硫酸溶液,缓慢加热,煮沸 5 min,冷却至室温。将溶液全部移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3 测定

量取 50.00 mL 试料溶液(6.2),置于 250 mL 锥形瓶中,加 1 滴甲基橙指示液,用氢氧化钠溶液中和至试料溶液由橙色变为黄色,再依次加入 5 mL 三乙醇胺溶液、10 mL 氢氧化钠溶液、15 mL 乙醇和 1.0 mL GBHA 指示液,混匀(此时溶液 pH 应大于 12,如果 pH 小于或等于 12 时,则需补加足够的氢氧化钠溶液)。2 min 后,用 EDTA 二钠标准滴定溶液(4.11)滴定,直至溶液的颜色与标准比对溶液相一致时为终点。滴定应在 3 min 内完成。

7 结果计算

钙含量以钙(Ca^{2+})的质量分数 w 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V/1\ 000)cM}{m \times 50/100} \times 100 = \frac{VcM}{5m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V——EDTA 二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c——EDTA 二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试料的质量的数值,单位为克(g);

M——钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.078$)。

前 言

本标准代替 GB/T 11213.3—1989《化纤用氢氧化钠中钙含量的测定 EDTA 络合滴定法》。

本标准与 GB/T 11213.3—1989 主要差异为:

——本标准增加了“规范性引用文件”和“试验报告”(见第 2 章、第 9 章);

——本标准删除了附录 A,将附录内容纳入正文中(1989 年版的附录 A;本版的 6.2);

——本标准称取相当于 10 g~16 g 氢氧化钠的固体或液体实验室样品,而原标准为称取 20 g 固体或液体氢氧化钠试样(1989 年版的 5.1;本版的 6.1);

——本标准中和试料时,用“3 mL 硫酸溶液”代替中和后“再过量 1 mL 盐酸”(1989 年版的 5.1;本版的 6.2)。

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会(SAC/TC63/SC6)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院。

本标准主要起草人:胡立明、陈沛云、李富荣、齐玉林。

本标准于 1989 年首次发布。