

附录 A
(资料性附录)
处理废液的方法

为了防止含汞废液的污染,应将汞量法测定氯化钠后所得的废液进行处理。

A.1 原理

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

A.2 操作步骤

将废液收集于约 50 L 的容器中,当废液量达 40 L 左右时,依次加入 400 mL 40% 工业氢氧化钠溶液、100 g 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),搅匀。10 min 后慢慢加入 400 mL 30% 过氧化氢溶液,充分混合,放置 24 h 后将上部清液排入废水中,沉淀物转入另一容器中,回收。

A.3 硫化汞的说明

硫化汞(又名辰砂)沉淀物的溶度积常数为 3×10^{-52} ,可认为它不溶于水,对人体本身无害。



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



GB/T 11213.2—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30371

定价: 10.00 元

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

式中：

m_0 ——试样质量的数值，单位为克(g)；

m_1 ——由标准曲线获得与所测试样吸光度相对应的氯化钠质量的数值，单位为毫克(mg)。

8 允许差

平行测定结果之差的绝对值：氯化钠含量小于或等于0.007%时，不应超过0.0005%；氯化钠含量大于0.007%时，不应超过0.001%。取其平均值为测定结果。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 识别测试样品所需的全部信息；
- b) 使用的标准；
- c) 试验结果，包括各单次试验结果和它们的算术平均值；
- d) 与分析步骤的差异；
- e) 试验中观察到的异常现象说明；
- f) 试验日期。

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 8 千字

2008年1月第一版 2008年1月第一次印刷

*

书号：155066·1-30371 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

称取 0.1 g 硫氰酸汞[$\text{Hg}(\text{SCN})_2$],称准至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 无水乙醇,在不断搅拌下,再加 150 mL 温水,使之溶解。然后,将溶液过滤至 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6 氯化钠标准溶液:0.1 mg/mL。

称取预先在 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠基准试剂 0.1 g,精确到 0.000 1 g,置于烧杯中,加入少量水溶解,再将溶液全部移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7 氯化钠标准溶液:0.01 mg/mL。

吸取 20.0 mL 氯化钠标准溶液(4.6),置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 酚酞指示溶液:10 g/L。

5 仪器和设备

一般实验室仪器和分光光度计。

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

6.1.1 标准比色溶液的配制

依次吸取 0.0 mL,2.0 mL,4.0 mL,6.0 mL,8.0 mL,10.0 mL,12.0 mL,15.0 mL 氯化钠标准溶液(4.7),分别置于 50 mL 容量瓶中,然后,在每个容量瓶中依次加入 5 mL 硝酸(4.1)、5 mL 硝酸铁溶液(4.4)和 20 mL 硫氰酸汞溶液(4.5),用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min 显色。

6.1.2 标准比色溶液吸光度的测定

用分光光度计,于波长 450 nm 处,以水调整分光光度计零点,选用 4 cm 或 5 cm 吸收池进行吸光度的测定。

6.1.3 标准曲线的绘制

以 50 mL 标准比色溶液中氯化钠的质量(mg)为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标,扣除空白溶液的吸光度,绘制标准曲线。

6.2 试样溶液的制备

6.2.1 称取相当于 20 g 氢氧化钠的固体或液体实验室样品,称准至 0.01 g,用水溶于 200 mL 容量瓶中,稀释至刻度。摇匀。

6.2.2 当 50 mL 标准比色溶液中氯化钠的质量大于 0.15 mg 时,吸取 6.2.1 中试样溶液,稀释适当倍数,测定按 6.4 操作。计算结果依据试样溶液的稀释倍数,式(1)乘以相应的稀释倍数。

6.3 空白试验

空白试验与试样测定同时进行,其测定程序和所用试剂量均与测定试样时相同,只是不加试样溶液及中和试样时用的硝酸。

6.4 测定

吸取 10.0 mL 试样溶液(6.2),置于 50 mL 容量瓶中,加 1~2 滴酚酞(4.8)作指示剂,在水中边摇边慢慢加入硝酸(4.1)中和,冷却至室温后,加 5.0 mL 硝酸(4.1)、5.0 mL 硝酸铁溶液(4.4)和 20.0 mL 硫氰酸汞溶液(4.5),用水稀释至刻度,摇匀,静置 30 min 显色,以下按 6.1.2 规定进行。

7 结果计算

氯化钠的质量分数 w ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times (10/200)} \times 100 = \frac{2m_1}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

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。