

前 言

本标准修改采用 ISO 3196:1975(2002)《工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法》(英文版),包括其技术勘误(1976.2.15 修改单)。

本标准代替 GB/T 7698—1987《工业用氢氧化钠中碳酸盐含量的测定 滴定法》。

本标准根据 ISO 3196:1975(2002)重新起草。为了方便比较,在资料性附录 A 中列出了本标准条款和国际标准条款的对照一览表。

由于我国法律要求和工业的特殊需要,本标准在采用国际标准时进行修改,这些技术性差异用垂直单线标在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表,以供参考。

为便于使用,本标准作了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) “本方法”一词改为“本标准”;
- c) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- d) 删除国际标准的封面和前言;
- e) 把国际标准的技术勘误并入正文中,并用垂直双线标在它们所涉及的条款的页边空白处;
- f) 增加资料性附录,以指导使用;
- g) 以“物质的量浓度”代替“当量浓度”;
- h) 以“%”代替“g/kg”。

本标准与 GB/T 7698—1987 主要差异为:

- 本标准增加“规范性引用文件”、“特殊情况”和“试验报告”(见第 2 章、第 10 章和第 11 章);
- 本标准增加两个资料性附录(见附录 A、附录 B);
- 本标准称取相当于氢氧化钠含量不超过 25 g[试料中碳酸盐含量(以 Na_2CO_3 计)不超过 120 mg]的固体或液体实验室样品;原标准是称取(10~20) g 试样(1987 年版的 4.2;本版的 7.1);
- 本标准按氢氧化钠中碳酸盐的含量范围规定了允许差;原标准是按氢氧化钠生产方法规定了允许差(1987 年版的第 6 章;本版的第 9 章)。

本标准附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为资料性附录。

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、自贡鸿鹤化工股份有限公司。

本标准主要起草人:陈沛云、李富荣、杜勇军、胡立明、田友利。

本标准于 1987 年首次发布。

工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法

1 范围

本标准规定了工业用氢氧化钠中碳酸盐含量测定的方法。

本标准适用于碳酸盐(以 Na_2CO_3 计)的质量分数大于或等于 0.02% 的产品。

通过预实验,样品可分为三类:

1.1 不含硫化物和氯酸盐的氢氧化钠。

1.2 含硫化物的氢氧化钠。

本标准适用于硫化物(以 Na_2S 计)的质量分数小于 0.1% 的产品。

1.3 含氯酸盐的氢氧化钠。

本标准适用于氯酸盐(以 NaClO_3 计)的质量分数小于 0.2% 的产品。

对 1.2 和 1.3,因含有特殊成分而需对分析步骤做适当的修改(见第 10 章给出的细节)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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, neq ISO 6353-1: 1982)

ISO 3195 工业用氢氧化钠 取样、试样 进行某项测定用主溶液制备(Sodium hydroxide for industrial use—Sampling—Test sampling—Preparation of the main solution for carrying out certain determinations)

3 原理

试样经酸化和加热,放出二氧化碳,导入过量氢氧化钡溶液中吸收,剩余的氢氧化钡以百里香酚酞为指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定,至溶液由蓝色变为无色为终点。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和不含二氧化碳的蒸馏水或相应纯度的水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品在没有其他规定时,按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.1 过氧化氢。

4.2 盐酸溶液:6 mol/L。

4.3 硫酸亚铁溶液:280 g/L。

称取 28 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于水中,移至 100 mL 容量瓶中,加 4 滴盐酸溶液(4.2),用水稀释至刻度,摇匀。出现水解现象时,需重新配制。

4.4 氢氧化钠溶液:200 g/L。

4.5 氢氧化钡饱和溶液。

4.6 氢氧化钡溶液:0.05 mol/L。

称取 15.0 g 氢氧化钡[$\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$],精确到 0.01 g,溶于水中,移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用前除去碳酸钡沉淀(参见附录 C)。

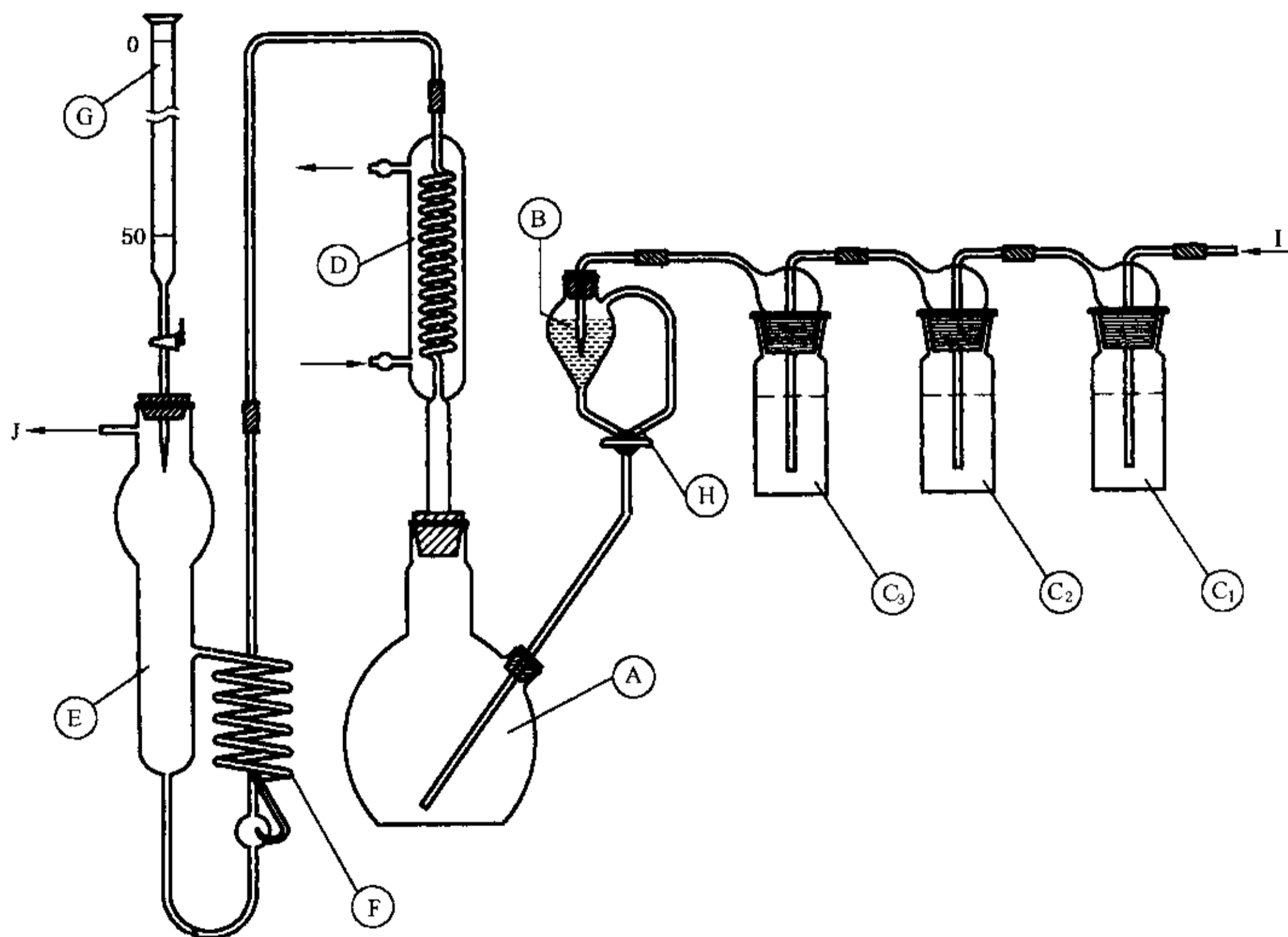
- 4.7 盐酸标准滴定溶液:0.1 mol/L。
- 4.8 甲基橙指示液:0.5 g/L。
- 4.9 百里香酚酞指示液:5 g/L。
- 4.10 乙酸铅试纸(参见附录 D)。
- 4.11 不含二氧化碳的氮气或空气。

5 仪器

一般的实验室仪器和

- 5.1 平底(或圆底)双口烧瓶 A:500 mL;
- 5.2 分液漏斗 B:100 mL;
- 5.3 洗气瓶 C₁、C₂:内装氢氧化钠溶液(4.4);
- 5.4 洗气瓶 C₃:内装氢氧化钡饱和溶液(4.5);
- 5.5 蛇形冷凝器 D;
- 5.6 吸收器 E;
- 5.7 蛇形吸收管 F:长度至少 700 mm;
- 5.8 滴定管 G:50 mL,分度值为 0.1 mL。

单位为毫米



- A——平底(或圆底)双口烧瓶;
- B——分液漏斗;
- C₁、C₂、C₃——洗气瓶;
- D——蛇形冷凝器;
- E——吸收器;
- F——蛇形吸收管;
- G——滴定管;
- H——V型孔活塞;
- I、J——氮气或空气的进出口。

图 1 碳酸盐测定装置