

中华人民共和国国家标准

GB/T 7698—2014
代替 GB/T 7698—2003

工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法

Sodium hydroxide for industrial use—
Determination of carbonates content—Titrimetric method

[ISO 3196:1975(2011), MOD]

2014-09-03 发布

2015-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 用 氢 氧 化 钠
碳 酸 盐 含 量 的 测 定 滴 定 法
GB/T 7698—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 0.75 字数 15 千字
2014年10月第一版 2014年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50119 定价 16.00 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)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 7698—2003《工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法》。与 GB/T 7698—2003相比,主要技术变化如下:

- 修改和增加了部分引用文件(见第 2 章,2003 版的第 2 章);
- 修改了分析用试剂和试验用水规定(见 4.1,2003 版的第 4 章);
- 修改了硫酸亚铁溶液加入量(见 10.2.2,2003 版的 10.2.2);
- 附录 B 中内容调整至前言中(见前言,2003 版的附录 B)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 3196:1975(2011)《工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法》,包括其技术勘误(1976.2.15 修改单)。

本标准与 ISO 3196:1975(2011)相比,在结构上有较多的调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 3196:1975(2011)的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 3196:1975(2011)相比存在技术性差异,这些差异涉及到的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示,技术性差异及其原因如下:

- 在范围章中,增加了“b)和 c)类样品因含有干扰成分,对分析步骤做适当的修改(见第 10 章)”。对特殊情况的提及;
- 在规范性引用文件章中,增加了引用标准 GB/T 601、GB/T 603 和 GB/T 6682。以适应我国的技术条件;
- 在规范性引用文件章中,GB/T 29643 代替 ISO 3195。该国际标准已转化为我国标准;
- 测定装置中,“平底(或圆底)双口烧瓶 A”代替“烧瓶 A”。方便操作;
- 结果计算章中,“碳酸盐含量以碳酸钠(Na_2CO_3)的质量分数 w 计,数值以%表示”代替“碳酸盐含量以二氧化碳(CO_2)的质量百分数表示”,计算公式也作了相应的变化。为与产品标准协调一致;
- 修改了硫酸亚铁溶液加入量。提高可操作性;
- 增加了“允许差”章。消除误差,确保分析结果准确。

本标准作了下列编辑性的修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- “本方法”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除国际标准的封面和前言;
- 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;
- 增加了资料性附录 A、附录 B 和附录 C,以指导使用;
- 以“物质的量浓度”代替“当量浓度”;
- 以“%”代替“g/kg”。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

GB/T 7698—2014

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱分会(SAC/TC 63/SC 6)归口。

本标准起草单位:杭州电化集团有限公司、福建湄洲湾氯碱工业有限公司、新疆中泰化学股份有限公司、山东阳煤恒通化工股份有限公司、陕西金泰氯碱化工有限公司、锦西化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:李富荣、许群立、叶乃义、邓华、马瑞敏、高炜、陈沛云、胡立明、田友利、张克俭。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7698—1987、GB/T 7698—2003。

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。

通过预试验,样品分为三类:

- a) 不含硫化物和氯酸盐的样品。
 - b) 含硫化物的样品。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。
 - c) 含氯酸盐的样品。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。
- b)和 c)类样品因含有干扰成分,对分析步骤做适当的修改(见第 10 章)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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 29643 工业用氢氧化钠 实验室样品和进行项目 测定用主溶液制备[GB/T 29643—2013,ISO 3195:1975(2002),NEQ]

3 原理

试料经酸化和加热,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

4.1 一般规定:本方法所用试剂和水在没有注明其他规定时,均指分析纯试剂或以上和 GB/T 6682 中规定的三级水(不含二氧化碳)或相当纯度的水。试验中所需标准滴定溶液、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。

4.2 过氧化氢。

4.3 盐酸溶液:6 mol/L。

4.4 硫酸亚铁溶液:280 g/L。

称取 28 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)(精确到 0.01 g),溶于适量水中,加 4 滴盐酸溶液(见 4.3),稀释至 100 mL,摇匀。出现水解现象时,应重新配制。

4.5 氢氧化钠溶液:200 g/L。

4.6 氢氧化钡饱和溶液。

4.7 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),溶于适量水中,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 B)。

4.8 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.9 甲基橙指示液:0.5 g/L。

4.10 百里香酚酞指示液:5 g/L。

4.11 乙酸铅试纸(参见附录 C)。

4.12 不含二氧化碳的氮气或空气。

5 仪器

5.1 一般的实验室仪器。

5.2 平底(或圆底)双口烧瓶:500 mL。

5.3 分液漏斗:100 mL。

5.4 洗气瓶:内装氢氧化钠溶液(4.5)。

5.5 洗气瓶:内装氢氧化钡饱和溶液(4.6)。

5.6 蛇形冷凝器。

5.7 吸收器。

5.8 蛇形吸收管:长度至少 700 mm。

5.9 滴定管:50 mL,分度值为 0.1 mL,A 级。

6 预试验

6.1 原理

将一份含有甲基橙指示液且已酸化的试料煮沸,乙酸铅试纸条放入蒸汽中,试纸变黑表明有硫化物存在,而甲基橙脱色表明有氯酸盐存在。

6.2 预试验步骤

称取约 20 g 固体或液体试样,置于 300 mL 锥形瓶中,加 150 mL 水和 3 滴甲基橙指示液,用盐酸溶液中和并过量约 5 mL。把乙酸铅试纸条一端搭在锥形瓶内侧,另一端搭在瓶颈外部。将溶液煮沸 5 min,根据表 1 所列现象确定分析步骤。

表 1

现象		章 条 号	分析步骤
溶液	试纸		
红色	白色	第 1 章中 a)	按第 7 章进行
红色	黑色	第 1 章中 b)	按第 7 章和 10.1.2 进行
无色	白色	第 1 章中 c)	按第 7 章和 10.2.2 进行

7 分析步骤

7.1 试料

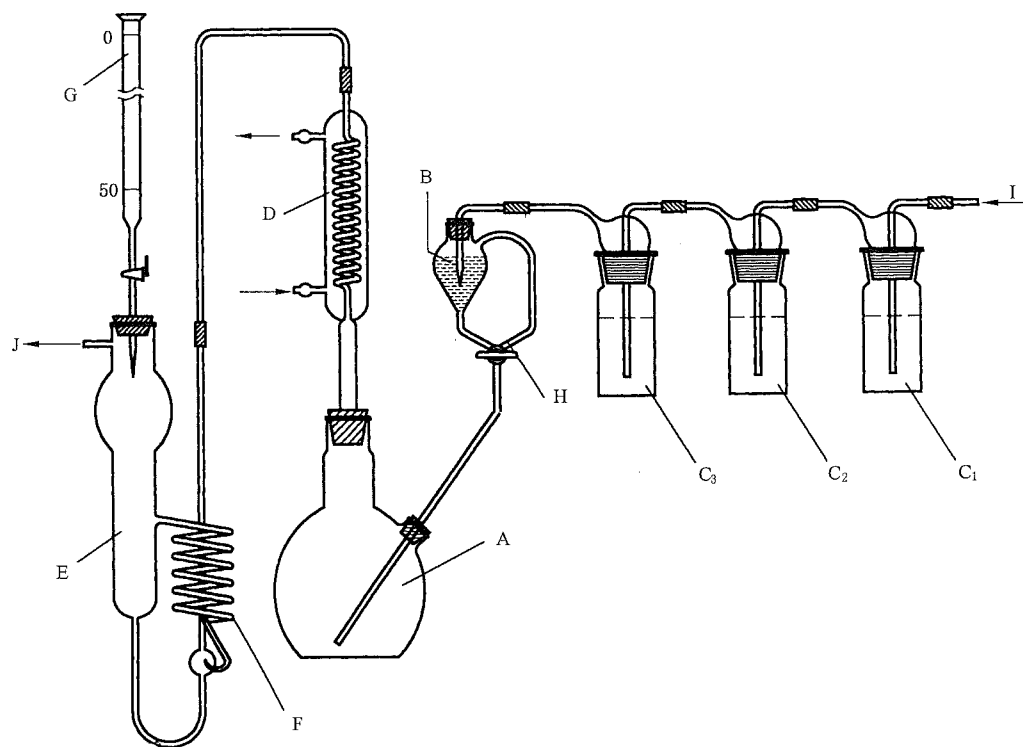
迅速称取相当于氢氧化钠不超过 25 g〔试料中碳酸盐含量(以 Na_2CO_3 计)不超过 120 mg〕的固体或液体实验室样品(按 GB/T 29643 制备),精确到 0.01 g。

7.2 空白试验

采用同一仪器,不加试料,按 7.3 规定进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将仪器按图 1 装配好。



说明:

- A ——平底(或圆底)双口烧瓶;
- B ——分液漏斗;
- C_1 、 C_2 、 C_3 ——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 碳酸盐测定装置示意图

7.3.2 将不含二氧化碳的氮气或空气以每秒约 5 个气泡的速度通入系统 10 min。

7.3.3 停止通气,并分别于:

- a) 双口烧瓶 A 中加入试料,再加入 150 mL 水和 3 滴甲基橙指示液;
- b) 分液漏斗 B 中加入约 90 mL 盐酸溶液;
- c) 吸收器 E 中加入 50.00 mL 氢氧化钡溶液和 3 滴百里香酚酞指示液。

7.3.4 将仪器重新按图 1 装好,使其系统密闭。开启通入蛇形冷凝器 D 的冷却水,把分液漏斗 B 中的盐酸溶液徐徐加入双口烧瓶 A 中,中和至溶液变为红色并过量约 5 mL。

7.3.5 以每秒约 2 个气泡的速度通气 10 min,然后边通气边加热双口烧瓶 A 中溶液,溶液沸腾后,维持微沸 20 min。停止加热,提高气速至每秒约 5 个气泡,用滴定管 G 中盐酸标准滴定溶液滴定吸收器 E 中剩余的氢氧化钡溶液,至溶液由蓝色变为无色为终点。

8 结果计算

碳酸盐含量以碳酸钠(Na_2CO_3)的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_0 - V_1)/1\,000cM/2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V_0 ——空白试验消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试料测定消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m ——试样的质量的数值,单位为克(g);
- M ——碳酸钠的摩尔质量的数值($M=105.988$),单位为克每摩尔(g/mol)。

9 允许差

平行测定结果之差的绝对值不超过下列数值:

- a) $w \leq 0.2\%$:0.02%;
- b) $w > 0.2\%$:0.05%。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

10 特殊情况

10.1 含硫化物的样品

10.1.1 原理

试料酸化前先用过氧化氢氧化,然后经酸化和加热,放出二氧化碳,导入过量的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。

10.1.2 分析步骤

按 7.3 规定进行,并作如下修改:

- a) 在 7.3.3 中:向双口烧瓶 A 中加入试料,再加入 150 mL 水和 5 滴过氧化氢;
- b) 在 7.3.4 中:在将盐酸溶液加入双口烧瓶 A 之前,在气体流动条件下,将双口烧瓶 A 中溶液煮沸 5 min,冷却并加入 3 滴甲基橙指示液。

10.2 含氯酸盐的样品

10.2.1 原理

试料预先用硫酸亚铁将氯酸盐还原为氯化物,然后经酸化和加热,放出二氧化碳,导入过量的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。

10.2.2 分析步骤

按 7.3 规定进行,并作如下修改:在 7.3.3 中,向双口烧瓶 A 中加入试料,再加入 150 mL 水、3 滴甲基橙指示液和 3mL 硫酸亚铁溶液,摇匀。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 识别被试的样品所需的全部资料;
- 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) 与规定的分析步骤的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 3196:1975(2011)章条编号与对照一览表

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 3196:1975(2011)章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 3196:1975(2011)编号对照

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1、5 的第二段和 6 的第二段
3	4.1
4	3.2、4.2、5.2 和 6.2
4.1	第 4 章悬置段
4.2~4.12	3.2.1~3.2.3、4.2.1~4.2.4、5.2.1 和 6.2.1
5	4.3、5.3 和 6.3
5.1~5.9	4.3 和 4.3.1
6	3
6.1	3.1
6.2	3.3
7	4.4
7.1	4.4.1
7.2	4.4.2
7.3	4.4.3
7.3.1	—
7.3.2~7.3.5	4.4.3.1~4.4.3.4
8	4.5、5.5 和 6.5
9	—
10	—
10.1	5
10.1.1	5.1
10.1.2	5.4
10.2	6
10.2.1	6.1
10.2.2	6.4
11	7
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	—

注：表中的章条以外的本标准其他章条编号与 ISO 3196:1975(2011)其他章条编号均相同且内容相对应。

附 录 B

(资料性附录)

氢氧化钡澄清液的制备

将配制好的氢氧化钡溶液置于下口瓶中,放置 24 h。再把澄清液转移至另一预先除去二氧化碳的下口瓶中,该下口瓶与一磨口瓶以三通活塞相连接,两个瓶的盖上均装有一吸收二氧化碳的干燥管(内装氢氧化钙),由三通活塞处吸取氢氧化钡澄清液。

附 录 C
(资料性附录)
乙酸铅试纸制备

C.1 乙酸铅溶液:10 g/L

称取 12 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$,置于烧杯中,加 200 mL 水,加热溶解,加入 25 mL 乙酸,冷却至室温后,用水稀释至 1 000 mL。

C.2 试纸制备

将滤纸剪成 15 mm×80 mm 的纸条,在足量的乙酸铅溶液(见 C.1)中浸泡 30 min~40 min 后取出,在空气中晾干,保存于磨口瓶中备用。



GB/T 7698—2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-50119

定价: 16.00 元