

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

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

2003-08-25 发布

2004-02-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

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。

化纤用氢氧化钠 钙含量的测定 EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了化纤用氢氧化钠中钙含量测定的方法。

本方法适用于氢氧化钠中钙的质量分数大于或等于 0.000 5% 的产品。

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 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)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

用乙二醇二(2-羟基苯胺)(GBHA)为指示液,乙二胺四乙酸二钠(EDTA 二钠)滴定钙。当 pH 等于 12 时,指示液 GBHA 是黄色,而 GBHA-Ca 的络合物是红色,因为 EDTA 对 Ca^{2+} 是更强的络合剂,GBHA-Ca 逐渐转化为 EDTA-Ca 的络合物,直至 EDTA 与 Ca^{2+} 完全络合,则溶液呈现 GBHA 指示液本身的黄色,此时即为终点。

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 GB/T 6682 中规定的三级水或相应纯度的水。试验中所需制剂及制品在没有其他规定时,按 GB/T 603 之规定制备。

4.1 盐酸。

4.2 碳酸钙。

4.3 体积分数为 95% 乙醇。

4.4 盐酸溶液:75 g/L。量取 165 mL 盐酸(4.1),用水稀释至 1 000 mL。

4.5 硫酸溶液:100 g/L。

4.6 氢氧化钠溶液:80 g/L。

4.7 三乙醇胺溶液:100 g/L。每周更换一次。

4.8 标准比对溶液:

量取 50 mL 水置于 250 mL 锥形瓶中,加 1 滴甲基橙指示液,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。此溶液使用前配制。

4.9 氯化钙标准参比溶液: $c(\text{Ca}^{2+})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

称取预先于 105℃ 烘干至恒量的碳酸钙 2.002 g(精确到 0.001 g),置于 600 mL 烧杯中,将 25 mL 盐酸溶液(4.4)与 100 mL 水混合后倒入烧杯中,煮沸 5 min,以除去 CO_2 ,冷却至室温。将此溶液全部移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.10 EDTA 二钠标准滴定溶液: $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

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 时则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:

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

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)($M=40.078$)。

8 允许差

平行测定结果之差的绝对值不超过 0.000 5%。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 样品识别所需的全部资料；
 - b) 使用本标准；
 - c) 试验结果取平行测定结果的算术平均值为测定结果。
 - 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。
-