

前 言

本标准是等效采用国际标准 ISO 981:1973《工业用氢氧化钠 氯含量的测定 汞量法》对推荐性国家标准 GB/T 4348.2—1984《工业用氢氧化钠 氯化钠含量的测定 汞量法》修订而成。

本标准与 ISO 981:1973 的主要技术差异为：

——本标准与 ISO 981:1973 的取样量不同，但氯化物含量相当。

本标准与 GB/T 4348.2—1984 的主要技术差异为：

——本标准与 GB/T 4348.2—1984 的取样量不同。

——本标准与 GB/T 4348.2—1984 的允许差不同。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 4348.2—1984。

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(TC63/SC6)归口。

本标准负责起草单位：锦西化工研究院、内蒙古蒙西化工有限公司。

本标准主要起草人：李富荣、陈沛云、马文元、胡立明。

本标准 1984 年首次发布。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是一个世界性国家标准协会(ISO 成员团体)的联合机构,开展国际标准工作是由 ISO 技术委员会进行。对技术委员会已经建立了的项目感兴趣的成员都有权派代表参加该技术委员会。国际组织,包括政府的和非政府的组织,经与 ISO 联系也可参加此项工作。

技术委员会所采纳的国际标准草案在被 ISO 理事会接受为国际标准之前,先散发给各成员国征求表决意见。

国际标准 ISO 981(最初草案 No. 2458)由化学技术委员会 ISO/TC 47 起草。

该标准于 1972 年 1 月由下列成员国表示同意:

奥地利	印度	葡萄牙
比利时	爱尔兰	南非
智利	以色列	西班牙
捷克斯洛伐克	韩国	瑞典
埃及	荷兰	瑞士
法国	意大利	泰国
德国	新西兰	英国
匈牙利	波兰	苏联

没有成员国表示反对。

本国际标准代替推荐标准 ISO R 981:1969《工业用氢氧化钠 氯含量的测定 佛尔哈德滴定法》。



中华人民共和国国家标准

工业用氢氧化钠
氯化钠含量的测定 汞量法

GB/T 4348.2—2002
eqv ISO 981:1973

代替 GB/T 4348.2—1984

Sodium hydroxide for industrial use—Determination of
sodium chloride content—Mercurimetric method

1 范围

本标准规定了工业用氢氧化钠中氯化钠含量的测定方法。
本标准适用于氯化钠含量(质量分数)大于 0.005% 的产品。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

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

3 方法原理

在 pH2~3 的溶液中,强电离的硝酸汞标准滴定溶液将氯离子转化为弱电离的氯化汞,用二苯偶氮碳酰肼作指示剂,与稍过量的二价汞离子生成紫红色的络合物即为终点。

4 试剂和材料

本方法所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所需制剂及制品,在没有其他规定时,均按 GB/T 603 之规定制备。

4.1 硝酸溶液:1+1。

NO_2^- 含量高时,对滴定终点有明显的干扰。当发现滴定终点变化不明显时,硝酸溶液需重新配制。

4.2 硝酸溶液:2 mol/L。

4.3 氢氧化钠溶液:2 mol/L。

4.4 氯化钠(基准试剂)标准溶液:0.05 mol/L。

称取在 500℃ 下干燥 1 h 至恒量并置于干燥器中冷却后的氯化钠 2.922 1 g(精确至 0.000 1 g),然后将其置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、摇匀。

4.5 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.5.1 溶液的制备

称取 $5.43 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 氧化汞(HgO),置于烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液(4.1),加少量水(必要时过滤),将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、摇匀。

或者称取 $8.56 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 硝酸汞($[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$)置于烧杯中,加 8 mL 硝酸溶液(4.2),加少量水,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、摇匀。

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2002-05-29 批准

2002-12-01 实施

4.5.2 溶液的标定

移取 25.00 mL 氯化钠标准溶液(4.4),置于 250 mL 三角瓶中,加 40 mL 水,再加入 3 滴溴酚蓝指示剂溶液,逐滴加入硝酸溶液(4.2),使溶液由蓝色变为黄色,加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示剂溶液,用待标定的硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成紫红色为终点。同时以水作空白试验。

硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m \times \frac{25}{1\,000}}{M(V - V_0)} = \frac{m}{M(V - V_0)} \times 25 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——氯化钠基准试剂的质量, g;

V ——测定消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

M ——氯化钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=58.443$)。

4.6 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.005\text{ mol/L}$ 。

吸取标定后的硝酸汞标准滴定溶液(4.5) 50.00 mL, 置于 500 mL 容量瓶中, 加水稀释[稀释时应补加适量的硝酸溶液(4.1)以防止硝酸汞分解]至刻度, 摇匀。

4.7 溴酚蓝指示剂: 1 g/L。

4.8 二苯偶氮碳酰肼指示剂: 5 g/L。

5 仪器 设备

5.1 一般的实验室仪器。

5.2 微量滴定管: 2 mL、5 mL。

6 分析步骤

6.1 试样溶液的制备

用已知质量干燥、洁净的称量瓶迅速从样品瓶中称取固体氢氧化钠试样 $36\text{ g} \pm 1\text{ g}$ 或液体氢氧化钠试样 $50\text{ g} \pm 1\text{ g}$ (精确至 0.01 g)。将称取的样品置于已盛有约 300 mL 水的 1 000 mL 容量瓶中, 冲洗称量瓶, 将洗液加入容量瓶中, 冷却至室温后稀释至刻度, 摇匀。

6.2 测定

量取试样溶液 50.00 mL, 置于 250 mL 三角瓶中, 加 40 mL 水, 缓慢地加入硝酸溶液(4.1) (固体试样加 5 mL、液体试样加 2 mL), 冷却至室温后, 加 3 滴溴酚蓝指示剂溶液, 则溶液呈蓝色, 再逐滴加入硝酸溶液(4.1), 使溶液由蓝色变为黄色, 逐滴加入氢氧化钠溶液, 使溶液由黄色变为蓝色, 逐滴加入硝酸溶液(4.2), 使溶液由蓝色变为黄色, 加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示剂, 用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变成紫红色为终点。同时以水作空白实验。

滴定后的含汞废液应保留, 处理方法参见附录 A (提示的附录)。

7 结果表述

氯化钠(NaCl)含量以质量分数 X 计, 数值以%表示, 按式(2)计算:

$$X = \frac{cM \frac{(V - V_0)}{1\,000}}{m \times \frac{50}{1\,000}} \times 100 = \frac{2(V - V_0)cM}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——测定消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白测定消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

M ——氯化钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=58.443$)。

8 允许差

平行测定结果之差的绝对值不超过下列数值(氯化钠质量分数为 X):

$X < 0.10\%: 0.005\%$

$X \geq 0.10\%: 0.02\%$

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

附录 A
(提示的附录)
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。

A1 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。

A2 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 质量分数为 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 质量分数为 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。

A3 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^{-53} ,可认为它不溶于水,对人体本身无害。

