

ICS 71.040.40

G 15

**DB13**

**河 北 省 地 方 标 准**

DB13/T 1222—2010

# **有机化工产品中氯化物含量 测定方法**

Determination of chloride content for organic chemical products

2010-05-10 发布

2010-05-25 实施

**河北省质量技术监督局** 发布

## 前　　言

本标准根据 GB1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由河北省产品质量监督检验院提出。

本标准起草单位：河北省产品质量监督检验院。

本标准主要起草人：耿晓红、张远恒、张新伟。

# 有机化工产品中氯化物含量测定方法

## 1 范围

本标准规定了用目视比浊法测定水溶性有机化工氯化物的方法。

本标准适用于水溶性有机化工产品中微量氯化物的测定。检测范围为  $0.2 \mu\text{g/mL} \sim 4 \mu\text{g/mL}$  (以 Cl 计)。

## 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，仅所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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 方法提要

在酸性介质中加入硝酸银溶液，氯离子与银离子生成白色的氯化银悬浊液，与同时同样处理的标准比浊溶液进行比对。

## 4 试剂

本标准中除另有规定外，所用标准溶液、制剂及制品，均按GB/T 602、GB/T 603的规定制备，实验用水符合GB/T 6682中三级水规格。

4.1 95%乙醇(GB 679)。

4.2 硝酸溶液:1+4。

4.3 硝酸银溶液:17 g/L

4.4 氯化物标准贮备液:1mL溶液含氯(Cl) 0.10 mg。

4.5 氯化物标准溶液:1mL溶液含氯(Cl) 0.010 mg。

用移液管移取10 mL氯化物标准贮备液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

## 5 分析步骤

### 5.1 标准比浊溶液的制备

取7个50 mL比色管，用移液管依次加入0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00 mL氯化物标准溶液，加水至约25 mL，各加入1 mL乙醇、3 mL硝酸溶液和2 mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，轻轻摇匀。放置10 min。

### 5.2 测定

按称取适量试样，精确至0.01 g，置于250 mL烧杯中，加入适量水使之溶解，调节试验溶液pH值约为7，完全转入250 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。如果试验溶液混浊，则应干过滤后备用。

用移液管移取25 mL试验溶液，置于50 mL比色管中，以下操作按5.1条所述，从“加入1 mL

乙醇……”开始，到“放置 10 min”为止。于黑背景下与标准比浊溶液比对，观察确定与标准比浊溶液浊度相同的试验溶液中所含氯化物的量。测定应与标准比浊溶液的制备同时进行。

6 结果计算

以质量百分数表示的氯化物(以Cl计)含量(X)按下式(1)计算:

式中：

$m_1$ ——观察确定与标准比浊溶液浊度相同的试验溶液中所含氯化物的量, mg;

$m$  ——试料的质量, g。

分析结果取两次重复测定结果的算数平均值。

7 允许差

两次测定结果的差值应不大于其算术平均值的10%。

DB13/T 1222—2010