

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 $\mu\text{g/mL}$ ~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：

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25 / 250} \times 100 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

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%。
