

DB51

四川省地方标准

DB51/T 1703—2013

汽油中氯含量的测定 电位滴定法

2013-12-02 发布

2014-01-01 实施

四川省质量技术监督局

发布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 试剂和材料 1

5 仪器和设备 1

6 取样 2

7 实验步骤 2

8 结果与计算 2

9 精密度 3

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由四川省产品质量监督检验检测院归口。

本标准起草单位：四川省产品质量监督检验检测院。

本标准主要起草人：郭桦、江梅秀、陈思、刘荣、毛佳伟、曾令羲、邹勇、陈丽先、胡敏。

本标准由四川省质量技术监督局批准发布。

汽油中氯含量的测定 电位滴定法

1 范围

本标准规定了汽油中氯含量的测定范围，原理及实验步骤等。

本标准适用于汽油中氯含量的测定，氯含量的测定范围为 $0.50\ \mu\text{g/g}\sim 0.05\ \text{g/g}$ 。

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 4756 石油液体手工取样法

3 原理

用质量分数为20% 体积比为1: 1的 $\text{NaOH}-\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 溶液为试剂，将石油中的有机氯转化为负一价态的氯离子，用电位滴定的方法测定总的氯离子的含量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，实验用水符合GB/T 6682规定的一级水。

- 4.1 甲苯。
- 4.2 无水乙醇。
- 4.3 丙酮。
- 4.4 氢氧化钠。
- 4.5 硝酸银(优级纯)。
- 4.6 氯化钾。
- 4.7 酸化水：硝酸酸化过的蒸馏水。

5 仪器和设备

5.1 自动电位滴定仪，主要由以下部分组成：

- 5.1.1 银指示电极；
- 5.1.2 玻璃参考电极；
- 5.1.3 滴定管，5 mL；
- 5.1.4 磁力搅拌器。
- 5.2 三口圆底烧瓶：250 mL。
- 5.3 冷凝管。
- 5.4 电热套。

5.5 分液漏斗。

5.6 过滤器。

5.7 天平：感量 0.01 g。

5.8 搅拌器：转速不低于 2000 r/min。

5.9 容量瓶：100 mL。

6 取样

6.1 取样应按照 GB/T 4756 《石油液体手工取样法》要求进行。某些样品中含易挥发组分，所以开启样品容器的时间尽可能短，取出样品后应尽快分析，以避免氯损失和与容器接触而被污染。

6.2 低于室温采取的样品，由于样品在室温时膨胀会损坏容器，对此类样品不要将容器装满，并应留有足够的样品膨胀空间。

6.3 如果样品不能立即使用，在样品进样前，应在样品容器中充分混合该样品。使用单独的或者经过特殊处理的样品容器有助于减少样品的交叉污染并提高样品的稳定性。

7 实验步骤

7.1 仪器的准备

7.1.1 参考电极的准备：使用前，先用水清洗电极，再用 0.1 mol/L 盐酸浸泡 10 min，最后用水清洗。使用完毕，将电极浸泡在水中。

7.1.2 指示电极的准备：使用前用砂纸打磨电极，直到电极表面干净光亮后用水清洗。

7.1.3 样品分析

7.1.4 按照 GB/T 4756 《石油液体手工取样法》规定混合制样，将称取的已混匀的样品 30 g（精确至 0.01），20 mL 乙醇和 20 mL 质量分数为 20 % 的氢氧化钠溶液加入装有电动搅拌、温度计和回流冷凝管的 500 mL 三口烧瓶中，搅拌均匀，加热至沸腾，反应 20 min。

7.1.5 从侧口加入 15 mL 温度为 60 °C 的甲苯，再加入 15 mL 丙酮和 25 mL 乙醇，摇匀，煮沸保持 2 min。

7.1.6 向上述溶液中加入 20 mL 体积比为 1:1 的硝酸水溶液和 20 mL 蒸馏水，煮沸 20 min。

7.1.7 待溶液冷却至室温后过滤，向滤液中加入几滴酸化水 20 mL，摇匀后静置 15 min。

7.1.8 用分液漏斗将溶液的水相部分收集于 250 mL 的烧瓶中，油相中再加入 20 mL 经硝酸酸化过的蒸馏水，摇匀，静置，然后再进行二次萃取，水相再收集到 250 mL 的烧瓶中。

7.1.9 将水相抽滤后转移到 250 mL 容量瓶中，用经硝酸酸化过的蒸馏水稀释至刻度。

7.1.10 取该溶液 40 mL 于 200 mL 烧杯中，加入 80 mL 丙酮，置于带有搅拌装置的电位滴定仪上，以 0.01 mol/L 的硝酸银溶液滴定。

7.1.11 按上述步骤进行一组空白试验，以扣除空白试验时消耗的硝酸银体积。

8 结果与计算

根据式（1）计算试样中的 *Cl* 的质量分数：

$$Cl = \frac{CV \times 10^3 \times M_{Cl}}{W}$$

式中：

Cl —— 样品中总氯的质量分数，单位为微克每克；

C —— 硝酸银溶液的浓度，单位为摩尔每升；

V —— 滴定结束时所用硝酸银溶液的体积，单位为毫升；

W —— 样品质量，单位为克；

M_{Cl} ——氯元素的摩尔质量，单位为克每摩尔。

9 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的检测方法，并在短时间内对十个被测对象相互独立进行检测获得的十次独立检测结果的相对标准偏差不大于10%。