



中华人民共和国国家标准

GB/T 4618.1—2008/ISO 21627-1:2002
代替 GB/T 4613—1984

塑料 环氧树脂氯含量的测定 第1部分：无机氯

Plastics—Epoxy resins—Determination of chlorine content—
Part 1: Inorganic chlorine

(ISO 21627-1:2002, IDT)

2008-09-04 发布

2009-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 4618《塑料 环氧树脂氯含量的测定》共分为三个部分：

- 第1部分：无机氯；
- 第2部分：易皂化氯；
- 第3部分：总氯。

本部分为 GB/T 4618 的第1部分，等同采用 ISO 21627-1:2002《塑料——环氧树脂——氯含量的测定——第1部分：无机氯》(英文版)。

本部分等同翻译 ISO 21627-1:2002，在技术内容上完全一致。

为便于使用，本部分做了下列编辑性修改：

- a) 把“ISO 21627:2002 的本部分”改成“GB/T 4618 的本部分”或“本部分”；
- b) 删除了 ISO 21627-1:2002 的前言；
- c) 增加了国家标准本部分的前言；
- d) 对于 ISO 21627-1:2002 引用的其他国际标准中有被等同采用为我国标准的，本部分用引用我国国家标准代替对应的国际标准，其余未有等同采用为我国标准的国际标准，在本部分中均被直接引用；
- e) 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”。
- f) 将第9章精密度有关内容放到资料性附录 NA“ISO 21627-1:2002 的精密度”中。

本部分代替 GB/T 4613—1984《环氧树脂和缩水甘油酯无机氯的测定》。

本部分与 GB/T 4613—1984 相比主要变化如下：

- 更改了标准名称、增加了前言；
- 增加了规范性引用文件；
- 增加了术语和定义；
- 试剂丁酮换成了丙酮；
- 标准溶液由 0.01 N 或 0.002 N 硝酸银水溶液改成 0.002 mol/L 硝酸银异丙醇溶液；
- 基准试剂氯化钠干燥温度由 120 ℃改成 500 ℃~600 ℃；
- 称样量由 3 g~10 g 改成 10 g；
- 增加了终点判定说明；
- 增加了结果修约要求。

本部分的附录 NA 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本部分负责起草单位：国家合成树脂质量监督检验中心。

本部分参加起草单位：蓝星化工新材料股份有限公司无锡树脂厂、安徽恒远化工有限公司。

本部分主要起草人：王永桂、王瑛、冯雪峰、程振朔。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4613—1984。

塑料 环氧树脂氯含量的测定

第1部分:无机氯

警告——使用 GB/T 4618 的本部分的人员应熟悉一般实验室的规则。本部分未涉及与使用有联系的任何安全问题。使用者有责任建立适宜的安全和健康的措施并符合相关管理条例。

1 范围

GB/T 4618 的本部分规定了使用电位滴定仪直接测定环氧树脂中的无机氯(氯离子)的方法。无机氯含量以每千克环氧树脂中的毫克数表示。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 4618 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

ISO 3696:1987 实验室分析用水规范和试验方法

ISO 5725-2:1994 测量方法与结果的准确度(真实度和精密度)——第2部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 4618 的本部分。

3.1

无机氯 inorganic chlorine

它是存在于树脂中的 Cl^- , 也称氯离子。

4 原理

试样溶解在适当的溶剂中,用硝酸银标准溶液进行电位滴定,以测定无机氯。

5 试剂

本部分除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,试验用水应符合 ISO 3696:1987 中三级或以上水的规格。

5.1 丙酮

注:在某些情况下,丙酮可能溶解不了树脂。在这种情况下,采用丁酮(甲乙酮)或 THF(四氢呋喃)或其他适宜的溶剂,并在试验报告中说明。

5.2 异丙醇

5.3 冰醋酸

5.4 硝酸银异丙醇溶液:0.002 mol/L。

5.4.1 配制

在水中溶解 17 g 硝酸银并稀释到 1 L(0.1 mol/L)。取 0.1 mol/L 的硝酸银水溶液 20 mL 置于 1 L 容量瓶中,用异丙醇(5.2)稀释至刻度。

5.4.2 标定

称取预先在 500 °C~600 °C 干燥的基准氯化钠 115 mg~120 mg,准确至 0.1 mg,溶解在 1 L 水中。

吸取 5 mL 该溶液于 200 mL 的烧杯中,加入 100 mL 丙酮(5.1)、2 mL 冰醋酸(5.3),用 5.4.1 配制的硝酸银溶液进行电位滴定。

以同样的方法进行空白试验,但不加氯化钠。

5.4.3 浓度的计算

利用式(1)计算浓度,取三位有效数字:

$$c_1 = \frac{0.005 \times m}{58.45 \times (V - V_0)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_1 ——硝酸银标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——所用氯化钠质量,单位为毫克(mg);

V ——滴定时所用的硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时所用的硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5.4.4 贮存

将硝酸银标准溶液贮存于棕色瓶中,并置于暗处。

6 仪器

实验室通用仪器及下述仪器:

6.1 电位滴定仪:由一个适宜的电位滴定仪或配有玻璃-银/氯化银电极系统的自动滴定仪、磁力搅拌器、滴定架和 10 mL 微量滴定管组成。

6.2 分析天平:精确至 0.1 mg。

6.3 烧杯:容量 200 mL。

6.4 玻璃量筒:容量 100 mL。

6.5 移液管:容量 1 mL、2 mL 和 5 mL。

7 步骤

7.1 称取 10 g 试样于 200 mL 烧杯(6.3)中,准确至 0.1 mg。并加入 100 mL 丙酮(5.1),用磁力搅拌器在室温下将试样溶解。

7.2 加入 2 mL 水和 1 mL 冰醋酸(5.3)。

7.3 把烧杯放在滴定架(6.1)上,同时调整它的位置,使电极(6.1)约浸入一半。用 0.002 mol/L 的硝酸银溶液(5.4)充满微量滴定管,然后把滴定管放在滴定架上,使其尖端伸入烧杯中的液面以下约 10 mm。调整搅拌速度,能进行强烈的搅拌但不使液体溅出。记录滴定管的读数和仪表(电位)的起始读数。

7.4 加入少量的硝酸银溶液,待达到恒定电位后,记录滴定管和仪表的读数。在拐点区域,当每次硝酸银溶液增量使电位变化很小时,硝酸银溶液增量可为 0.1 mL。

当电位变化率大于 5 mV/0.02 mL 时,硝酸银溶液的增量为 0.02 mL。

7.5 连续滴定,直到电位变化率低于 2 mV/0.02 mL 时为止。移去滴定溶液,用水充分冲洗电极,擦干并用细砂布轻轻地摩擦,然后将电极浸在水中。

7.6 画出所耗硝酸银溶液的累积体积对电位图。取曲线的急剧变化部分(拐点)的中点作为终点。由图读出达到终点所需硝酸银溶液的体积,准确至 0.01 mL。

7.7 同时按同样的步骤进行空白试验。

8 结果的表示

使用式(2)计算无机氯的含量:

$$w_1(\text{Cl}^-) = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times 35.5 \times 1\,000}{m_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$w_1(\text{Cl}^-)$ ——试样无机氯(氯离子)含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

V_1 ——滴定试样时耗用硝酸银标准溶液(5.4)的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验时耗用硝酸银标准溶液(5.4)的体积,单位为毫升(mL);

c_1 ——按 5.4.3 计算的硝酸银标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果修约到小数点后一位。

9 精密度

由于尚未得到实验室间的试验数据,故未知本试验方法的精密度。如果得到上述数据,则在下次修订时加上精密度说明。ISO 21627-1:2002 的精密度数据参见附录 NA。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 注明采用 GB/T 4618 的本部分;
- b) 标明受试物料的全部资料;
- c) 所用的溶剂,如果与所指定的不同时,应注明;
- d) 试验结果;
- e) 试验日期;
- f) 任何其他的相关信息。

附 录 NA

(资料性附录)

ISO 21627-1:2002 的精密度

表 NA.1 给出的准确度数据是按照 ISO 5725-2:1994 涉及 10 个实验室和 3 种水平进行试验组织和分析而确定的。10 个实验室的数据包括离群的数据。离群的数据未包括在重复性标准偏差和再现性标准偏差的计算中。特别当真实度和精密度与材料有关时,应在准确度实验中附加所用的材料的描述。

表 NA.1 无机氯含量重复性及再现性实验数据

无机氯含量/ (mg/kg)	重复性 s_r	再现性 s_R
$w_1(\text{Cl}^-) < 1$	0.05	0.13
$1 \leq w_1(\text{Cl}^-) < 3$	0.14	0.27
$3 \leq w_1(\text{Cl}^-) \leq 5$	0.25	0.55
s_r 重复性(实验室内)标准偏差; s_R 再现性(实验室间)标准偏差。		

参 考 文 献

- [1] GB/T 12007.3—1989 环氧树脂总氯含量测定方法(eqv ISO 4615:1979)
 - [2] GB/T 4618.2—2008 塑料 环氧树脂氯含量的测定 第2部分:易皂化氯(ISO 21627-2:2002, IDT)
 - [3] ISO 21627-3 塑料——环氧树脂——氯含量的测定——第3部分:总氯
-

2008/ISO 21627-1 2002

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑 料 环 氧 树 脂 氯 含 量 的 测 定
第 1 部 分：无 机 氯

GB/T 4618.1—2008/ISO 21627-1:2002

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码：100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话：68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

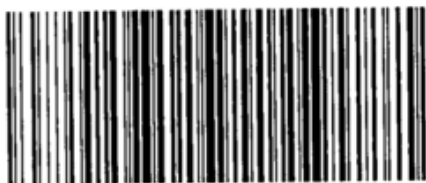
*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 10 千 字
2008 年 11 月 第 一 版 2008 年 11 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·1-34731 定 价 14.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话：(010)68533533



GB/T 4618.1-2008