



中华人民共和国国家标准

GB/T 34694—2017

塑料 氯化聚氯乙烯树脂中 残余氯含量的测定 电位滴定法

Plastic—Determination of residual chloride content of chlorinated
poly(vinyl chloride) resins—Potentiometric titration method

2017-11-01 发布

2018-05-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会聚氯乙烯树脂产品分会(SAC/TC 15/SC 7)归口。

本标准起草单位:杭州电化集团有限公司、新疆天业(集团)有限公司、锦西化工研究院有限公司、杭州电化新材料有限公司。

本标准主要起草人:李富荣、陈沛云、王光钰、王朔、来正良。

塑料 氯化聚氯乙烯树脂中 残余氯含量的测定 电位滴定法

1 范围

本标准规定了氯化聚氯乙烯树脂中残余氯含量测定的方法。
本标准适用于氯化聚氯乙烯树脂。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9725—2007 化学试剂 电位滴定法通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

残余氯 residual chloride

存在于氯化聚氯乙烯树脂中的氯离子(Cl^-)和/或未氯化的游离氯(Cl_2)。

4 原理

样品溶解在适当的溶剂中,将规定的电极浸入同一被测样品溶液中,滴定过程中,参比电极的电位保持恒定,指示电极的电位随被测物质的浓度的变化而改变。在化学计量点前后,溶液中被测物质浓度的变化会引起指示电极电位的急剧变化,指示电极电位的突跃点即为滴定终点。

5 试剂

5.1 一般规定:本方法所用试剂和水在没有注明其他规定时,均指分析纯试剂或以上和 GB/T 6682 中规定的三级水或相当纯度的水。

5.2 过氧化氢。

5.3 盐酸-二甲基乙酰胺溶液:0.000 5 mol/L。

移取 5 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液置于 1 000 mL 容量瓶中,用二甲基乙酰胺稀释至刻度,摇匀。

5.4 硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液: $c=0.02$ mol/L。按附录 A 进行标定。溶液贮存于棕色瓶中。有效期 1 个月。

6 仪器设备

6.1 一般试验室仪器。

6.2 电位滴定仪:具有 ± 2 mV 或以上的精度。

6.3 电极:216 型指示银电极(玻璃外壳),217 型双盐桥饱和甘汞参比电极;或复合银电极。

6.4 微量滴定管:5 mL 或 10 mL, A 类, 5 mL 分度值 0.02 mL, 10 mL 分度值 0.05 mL;或仪器自带滴定装置。

6.5 磁力搅拌器。

7 样品

移取 100 mL 盐酸-二甲基乙酰胺溶液置入 250 mL 烧杯中,再加 2 滴过氧化氢,开动磁力搅拌器,称取约 5 g 样品,精确到 0.01 g,缓慢加入烧杯中,搅拌 15 min~20 min,使样品溶解。

8 试验步骤

开启电位滴定仪电源,选择至电位挡,预热 10 min。

将电极放入样品溶液中,按 GB/T 9725—2007 规定用硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液进行测定,滴定终点由仪器自动判定或用作图法、二级微商法确定,体积 V_1 。

空白试验:不加样品,采用与测定样品相同的试验步骤和试剂进行测定,体积为 V_2 。

9 试验数据处理

氯化聚氯乙烯树脂中残余氯含量采用电位滴定法测定,以硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液作滴定剂。硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液浓度 $c=0.02$ mol/L。

计算方法如下:

残余氯含量以氯的质量分数 w 计,数值以微克每克($\mu\text{g/g}$)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2)/1\,000cM \times 10^6}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——测定样品消耗的硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗的硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$);

m ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

10 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。如果单次测定结果与平均值的相对偏差大于 5%,应重新测定。

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

——试验对象;

——所使用的标准(包括发布或出版年号);

- 所使用的方法(如果标准中包括几个方法);
- 结果;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

附录 A

(规范性附录)

硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液标定

A.1 配制

称取 3.5 g 硝酸银,用少量水溶解,移至 1 000 mL 容量瓶中,用二甲基乙酰胺稀释至刻度,摇匀。

A.2 氯化钠标准溶液

称取预先 500 ℃~600 ℃灼烧至恒量的基准试剂氯化钠 1.15 g~1.20 g,精确到 0.1 mg,用水溶解,移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.3 标定

移取 5.00 mL 氯化钠标准溶液,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸-二甲基乙酰胺溶液,放入电极,按 GB/T 9725—2007 规定用配制好的硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液进行测定,滴定终点由仪器自动判定或用作图法、二级微商法确定,体积 V_3 。

空白试验:不加氯化钠标准溶液,采用与标定氯化钠溶液相同的试验步骤和试剂进行标定,体积为 V_4 。

A.4 试验数据处理

硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液浓度的测定采用电位滴定法。

计算方法如下:

硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液浓度以摩尔每升(mol/L)计,按式(A.1)计算:

$$c = \frac{m \times 5/1\,000}{M \times (V_3 - V_4)/1\,000} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

c ——硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——工作基准试剂氯化钠的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯化钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.45$);

V_3 ——标定消耗的硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验消耗的硝酸银-二甲基乙酰胺标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

