

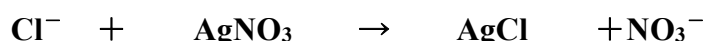
HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定数据 COM 系列	数据No.	M10	24/9/9
树脂、油脂、橡胶 粘合剂、涂料	环氧树脂中氯离子的测定				

## 1. 测定概述

下面是一个测定环氧树脂中氯离子含量的例子。

测定根据《GB/T 4618.1 塑料 环氧树脂氯含量的测定 第1部分 无机氯》进行。

将样品溶解在丙酮或类似溶液中后，将银电极和参比电极浸入其中，并用 2-丙醇硝酸银标准液进行滴定。



## 2. 设备组成和试剂

### (1) 设备组成

本体	:	自动滴定装置	COM 系列
电极	:	银电极	AG-312 (用于非水滴定)
		参比电极	RE-241

※ 虽然也可使用 MS-231 参比电极，但由于内部电极中使用了汞(氯化亚铁汞)，因此在处理使用时应小心谨慎。

### (2) 试剂

滴定液	:	0.002mol/L 丙醇硝酸银标准液
标准材料	:	氯化钠容量分析标准(用于硝酸银标准溶液的标准化)。
滴定溶剂	:	丙酮 (或甲乙酮，四氢呋喃等，溶解树脂的溶剂)
添加剂	:	醋酸

## 3. 测定步骤

### (1) 2- 丙醇硝酸银标准溶液的滴定度测定

- 称取 115-120mg 在 500-600 °C 下干燥的氯化钠标准品，精确到 0.1mg，并在量瓶中稀释至 1L。
- 准确收集 5mL (i)溶液，放入 200 mL 烧杯中。
- 加入 100mL 丙酮和 2mL 醋酸。
- 将电极浸入 0.002mol/L 2-丙醇硝酸银标准液中进行滴定。空白测试也采用相同的步骤进行，以获得空白值。

### (2) 样品中氯离子的测定

- 在 200mL 烧杯中称量 10g 样品，精确到 0.1mg。
- 加入 100mL 丙酮 (或其他可溶解样品的溶剂)，加入搅拌子以便搅拌，使样品完全溶解。
- 加入 2mL 纯水和 1mL 醋酸。
- 将电极浸入 0.002mol/L 2-丙醇硝酸银标准液中进行滴定。空白测试也采用相同的步骤进行，以获得空白值。

## 4. 测定条件和结果示例

### (1) 2- 丙醇硝酸银标准溶液的滴定度测定

#### 滴定条件例

##### 空白测定

条件 No.	1	计算式 No.	1	模式 No.	17
方式	突跃点检测	S:样品量	0 mL	平衡等待时间	0 秒
分注仪 No.	1	B:空白值 mL	0 mL	滴定系数	0
测定单元 No.	2	M:滴定剂浓度	0 mol/L	滴定灵敏度	0 mV
显示单位	mV	F:浓度校正因数	0	等待时间	5 秒
开始时间	10 秒	K:系数 1	0	等待灵敏度	3 mV
连续滴加 mL	0 mL	L:系数 2	0	滴加速度	2
反应时间	0 秒	结果单位	mL	最小滴定体积	16
检测开始 mL	0 mL	计算公式	D		
检测灵敏度	500	小数点以下位数	3		
过量滴加 mL	0 mL				
最大滴定量 mL	1 mL				

##### 滴定度标定

条件 No.	2	计算式 No.	2	模式 No.	8
方式	突跃点检测	S:样品量 <sup>※1</sup>	0.1194 mL	平衡等待时间	0 秒
分注仪 No.	1	B:空白值 mL	0.01 mL	滴定系数	5
测定单元 No.	2	M:滴定剂浓度	0.002 mol/L	滴定灵敏度	0 mV
显示单位	mV	F:浓度校正因数 <sup>※2</sup>	1.0000	等待时间	5 秒
开始时间	10 秒	K:系数 1	58.45	等待灵敏度	3 mV
连续滴加 mL	0 mL	L:系数 2 <sup>※3</sup>	0.005	滴加速度	2
反应时间	0 秒	结果单位	Fact	最小滴定体积	40
检测开始 mL	0 mL	计算公式	$L * S * F * 1000 / (K * M * (D - B))$		
检测灵敏度	500	小数点以下位数	4		
过量滴加 mL	0.2 mL				
最大滴定量 mL	20 mL				

※1 在 S 中输入氯化钠标准物质的称重值(克)。

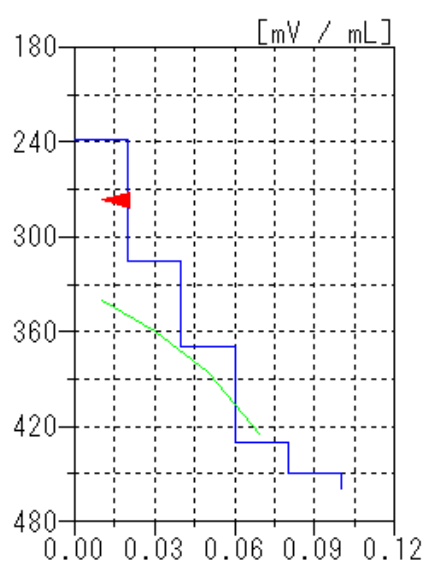
※2 用 F 输入氯化钠标准纯度的 1/100 (例如 100.00% ⇒ 1.0000)

※3 输入收集率 (5mL/1000mL = 0.005) 为 L

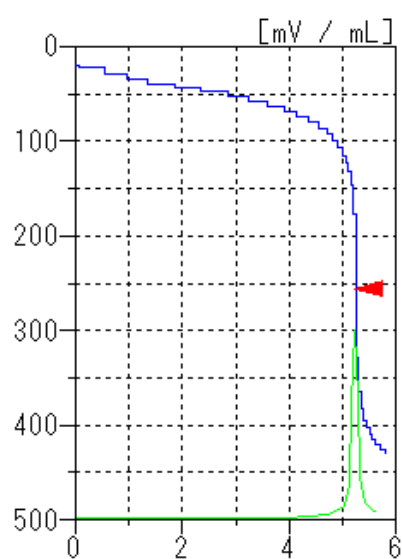
## 标定结果

空白测定		
测定次数	样品量 (g)	滴定值 (mL)
1	—	0.010
2	—	0.010
平均值：		<b>0.010</b> mL

标定			
测定次数	样品量 (g)	滴定值 (mL)	浓度校正 因数
1	0.1194	5.226	0.9791
2	0.1194	5.220	0.9802
平均值：			<b>0.9797</b>



空白测定



标定

## 滴定曲线例

(2) 样品中氯离子的测定

滴定条件例

空白测定

条件 No.	3	计算式 No.	3	模式 No.	17
方式	突跃点检测	S:样品量	0 mL	平衡等待时间	0 秒
分注仪 No.	1	B:空白值 mL	0 mL	滴定系数	0
测定单元 No.	2	M:滴定剂浓度	0 mol/L	滴定灵敏度	0 mV
显示单位	mV	F:浓度校正因数	0	等待时间	5 秒
开始时间	60 秒	K:系数 1	0	等待灵敏度	3 mV
连续滴加 mL	0 mL	L:系数 2	0	滴加速度	2
反应时间	0 秒	结果单位	mL	最小滴定体积	16
检测开始 mL	0 mL	计算公式	D		
检测灵敏度	1000	小数点以下位数	3		
过量滴加 mL	0 mL				
最大滴定量 mL	1 mL				

样品测定

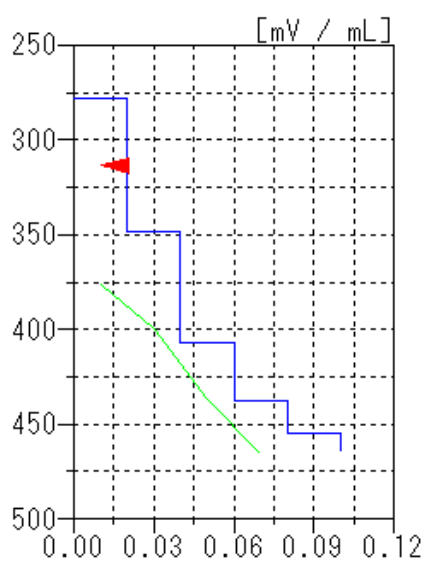
条件 No.	4	计算式 No.	4	模式 No.	20
方式	突跃点检测	S:样品量※4	9.9800 g	平衡等待时间	0 秒
分注仪 No.	1	B:空白值 mL	0.01 mL	滴定系数	0
测定单元 No.	2	M:滴定剂浓度	0.002 mol/L	滴定灵敏度	0 mV
显示单位	mV	F:浓度校正因数※5	0.9797	等待时间	5 秒
开始时间	60 秒	K:系数 1	35.5	等待灵敏度	3 mV
连续滴加 mL	0 mL	L:系数 2	0	滴加速度	2
反应时间	0 秒	结果单位	mg/kg	最小滴定体积	16
检测开始 mL	0 mL	计算公式	(D-B)*K*F*M*1000 / S		
检测灵敏度	1000	小数点以下位数	4		
过量滴加 mL	0 mL				
最大滴定量 mL	20 mL				

※4 在 S 中输入样品的称重值(克)

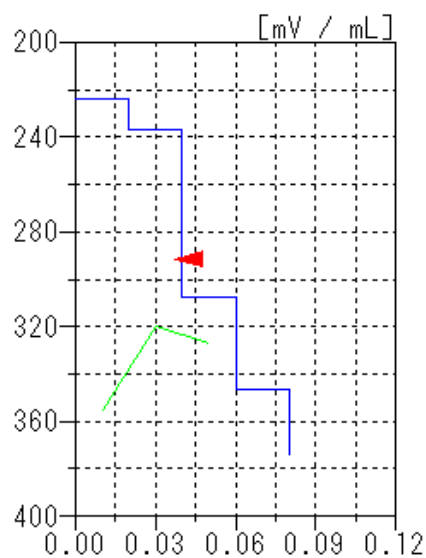
※5 将上一节得到的滴定度输入 F

## 测定结果

空白测定			样品测定		
测定次数	样品量 (g)	滴定值 (mL)	测定次数	样品量 (g)	氯离子 (mg/kg)
1	—	0.010	1	9.9800	0.1882
2	—	0.010	2	10.0808	0.1656
平均值： <b>0.010 mL</b>			平均值： <b>0.177 mg/kg</b>		



空白测定



样品测定

## 滴定曲线例

## 5. 摘要

### (1) 关于电极

由于该滴定为非水性滴定，银电极 AG-312，可耐受有机溶剂。

另一方面，RE-241 用作参比电极。电极采用双结结构，内筒为氯化钾溶液，外筒为饱和硝酸钾溶液。由于氯化钾内液不会直接流出到样品溶液中，因此该电极适用于测定氯离子，如本次测定。

关键词：环氧树脂、氯离子、沉淀滴定、电位滴定、硝酸银、GB/T4618.1