ICS 83.080.10
CCS G 31

中华人民共和国国家标准

GB/T 12009.1—XXXX
代替 GB/T 12009.1-1989、GB/T 32477-2016

塑料　聚氨酯生产用异氰酸酯
第 1 部分：总氯含量的测定

Plastics—Isocvanates for use in the production of polyurethanes—Determination of total chlorine

(ISO 26603:2017,Plastics —Aromatic isocyanates for use in the production of polyurethanes —Determination of total chlorine，MOD)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2025.6)

XXXX - XX - XX 发布　　XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 12009《塑料　聚氨酯生产用异氰酸酯》的第1部分。GB/T 12009已经发布了以下部分：

——第 1 部分：总氯含量的测定；

——第 2 部分：水解氯含量的测定。

本文件代替GB/T 12009.1—1989《异氰酸酯中总氯含量的测定》和GB/T 32477—2016《塑料用于聚氨酯生产的甲苯二异氰酸酯中总氯含量的测定》。本文件以GB/T 12009.1—1989为主，整合了GB/T 32477—2016的内容。与GB/T 12009.1—1989相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——增加了测定过程中可能存在的干扰说明（见第 5 章）；

——增加了取样时的要求（见第 6 章）；

——增加了方法 A：微库伦法、方法 B：氧弹法（见第 7 章、第 8 章）；

——更改了氧瓶燃烧法试剂和材料中的用水规格（见 9.1.1，GB/T 12009.1—1989 的第 3 章）；更改了硝酸溶液、碳酸钠溶液、硝酸银标准滴定溶液、甲基红指示剂的具体制备方法（见 9.1.4、9.1.5、9.1.6、9.1.9，GB/T 12009.1—1989 的 3.2、3.3、3.4）；删除了氯化钠标准溶液、透明胶纸袋（见 GB/T 12009.1—1989 中的 3.1、3.7）；增加了乙醇、浓硝酸、氧气、滤纸（见 9.1.2、9.1.3、9.1.8、9.1.11）；增加了脱脂棉的要求（见 9.1.10）；

——更改了氧瓶燃烧法仪器和设备中氧燃烧瓶的要求，补充了载样装置的制作步骤（见 9.2.1，GB/T 12009.1—1989 的 4.1）；更改了电位滴定仪及配件的要求（见 9.2.2 ，GB/T 12009.1—1989 的 4.2）；

——更改了氧瓶燃烧法测定步骤中称量样品与氧气吹扫的顺序；更改了氧气吹扫氧燃烧瓶的时间；更改了称量样品的精确位数（见 9.3.1、9.3.2，GB/T 12009.1—1989 的 5.1、5.2），更改了燃烧完成后的放置时间（见 9.3.4，GB/T 12009.1—1989 的 5.4），增加了燃烧样品的次数（见 9.3.5、9.3.6），更改为电位滴定（见 9.3.7）；

——增加了氧瓶燃烧法中结果保留位数的规定（见 9.4）。

本文件修改采用ISO 26603:2017《塑料 聚氨酯生产用芳香族异氰酸酯　总氯含量的测定》。

本文件与ISO 26603:2017相比做了下述结构调整：

——删除了 ISO 26603：2017 中 4.1、4.2；

——删除了 ISO 26603：2017 中 7.5.2、8.5.2；

——增加了附录 A“有限试验数据获得的精密度”；

本文件与ISO 26603:2017的技术差异及其原因如下：

——删除了术语和定义中“可水解的氯”的定义，本文件未使用该术语；

——用规范性引用的 GB/T 6682 替换了 ISO 3696（见第 2 章），以适应我国的技术条件，提高可操作性；

——增加微库仑法；

——增加了 0.01 mol/L 硝酸银标准滴定溶液有效期的具体要求（见 8.1.3、9.1.3），以便于实际使用；

——增加了甲基红指示液（见8.1.4、9.1.4），以符合实际操作需求；
——增加了氧气纯度的要求（见8.1.5、9.1.5），以保证结果的准确度；
——更改了分析天平的精度（见8.2.6，ISO 26603：2017中7.2.1），以保证结果的准确度；
——增加了点火装置的具体设备名称及相关参数（见8.2.2、8.2.3），以保证结果的准确度；
——更改了气泡计数器的名称（见8.2.5，ISO 26603：2017中7.2.5），以与国内实际情况相符；
——更改了称量样品的精确位数（见9.3.2,ISO 26603:2017中的8.3.2），以保证结果的准确度；
——增加了测定的平行次数及结果表达的有效位数（见8.4、9.4），以使结果保留位数一致；
——增加了辅助材料（见9.1.6、9.1.7）。
本文件做了下列编辑性改动：
——删除了 “范围”中的注；
——删除了ISO 26603-2017中7.3.3、7.3.4的注；
——增加了8.2.5的注；
——增加了图2；
——更改了精密度数据（见附录A,ISO 26603：2017中7.5.1）
本文件由中国石油和化学工业联合会提出。
本文件由全国塑料标准化技术委员会（SAC/TC15）归口。
本文件起草单位：沧州大化股份有限公司、黎明化工研究设计院有限责任公司
本文件主要起草人：
本文件于2016年首次发布，本次为第一次修订。

引　言

本系列标准在总标题《塑料　聚氨酯生产用异氰酸酯》下，规定了聚氨酯生产用异氰酸酯的专用分析方法及产品技术要求，由9个部分构成：

——第 1 部分：总氯含量的测定；

——第 2 部分：水解氯含量的测定；

——第 3 部分：异构体比的测定；

——第 4 部分：酸度的测定；

——第 5 部分：甲苯二异氰酸酯；

——第 6 部分：多亚甲基多苯基异氰酸酯；

——第 7 部分：二苯基甲烷二异氰酸酯。

聚氨酯生产用异氰酸酯通常是由芳香胺使用氯取代苯(如邻二氯苯)作为反应溶剂光化产生的。本文件描述了异氰酸酯中总氯含量的测定方法，总氯含量和水解氯含量之间的差值是由产品中残留的反应溶剂的量决定的，因此本文件对评估产品质量具有重要意义。本系列标准的第2部分是异氰酸酯中水解氯含量的测定方法。

本文件描述了三种测定聚氨酯生产用异氰酸酯总氯含量的方法，在编制过程中对这三种方法的测定结果进行了对比：以微库仑法为对照值，对总氯含量水平低于0.006 %的样品，氧弹法与微库伦法的相对偏差为27.8 %～125.3 %，氧瓶燃烧法与微库伦法的相对偏差为7.3 %～150 %，氧弹法、氧瓶燃烧法与微库伦法偏差大；对总氯含量水平不小于0.006 %的样品，氧弹法与微库伦法的相对偏差为0.3 %～23.3 %，氧瓶燃烧法与微库伦法的相对偏差为2.9 %～24.9 %，氧弹法、氧瓶燃烧法与微库伦法偏差行业可接受。

塑料　聚氨酯生产用异氰酸酯　第1部分：总氯含量的测定

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准未涉及与使用有关的任何安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

异氰酸酯经皮肤吸收或呼吸道吸入，会对人体造成伤害，测试过程中应保持通风并做好防护措施。

1　范围

本文件描述了聚氨酯生产用异氰酸酯中总氯含量的三种测定方法：

——方法A：微库仑法，检出限低，重复性好，正确度高，为仲裁法；

——方法B：氧弹法，适用于总氯含量大于0.004 %样品的测定；

——方法C：氧瓶燃烧法，检出限可参照氧弹法。

本文件适用于异氰酸酯的生产方、使用方或第三方在研究开发、质量控制、过程控制、特定检测或安全性评估等场景对产品中总氯含量的测定。

2　规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 601　化学试剂　标准滴定溶液的制备

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（GB/T 6682-2008，ISO 3696：1987，MOD）

3　术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

异氰酸酯　isocyanates

含有一个或多个NCO基团的有机化合物。

3.2

聚氨酯　Polyurethane

由有机二异氰酸酯或多异氰酸酯与含有两个或两个以上羟基的化合物反应制备的聚合物。

3.3

总氯　Total chlorine

无机和有机结合氯存在于异氰酸酯中，充分燃烧条件下转化为可滴定的氯化物。

4 原理

4.1 方法 A：微库仑法

样品中的氯在微库仑仪的裂解石英管中转变为能和电解液中滴定离子发生作用的氯离子后，随载气进入燃烧炉，在燃烧炉中被氧化成氯化氢，产物随载气进入脱水单元去除水分，随后被载气带入滴定池同银离子反应：

$$HCl \rightarrow H^{+} + Cl^{-}$$

$$Cl^{-} + Ag^{+} \rightarrow AgCl$$

滴定池中银离子浓度降低，指示电极对将变化的信号输入库仑放大器，然后由库仑放大器输出相应电流到电解电极对上。电解阳极电解生出所消耗的银离子，直至恢复原来的银离子浓度，测定所消耗的电量，根据法拉第电解定律就可计算样品中总氯含量。

4.2 方法 B：氧弹法、方法 C：氧瓶燃烧法

样品中的有机物被氧燃烧破坏，有机氯转变为无机氯，通过碳酸钠（Na_2CO_3）溶液吸收，氯离子通过自动电位滴定仪用硝酸银($AgNO_3$)标准滴定溶液测定，通过试样与空白消耗硝酸银($AgNO_3$)标准滴定溶液的体积差计算总氯含量。

5 干扰

硫氰酸盐、氰化物、硫化物、溴化物、碘化物或其他能与银离子反应的物质，以及能在酸性溶液中还原银离子的物质，都会干扰测定。

6 取样

取样时，为防止样品与空气中的水分发生反应，应用干燥的惰性气体(如氮气、氩气或干燥的空气)持续吹扫样品。

7 方法 A：微库仑法

7.1 试剂和材料

本方法所用试剂和水，除非另有规定，应为分析纯试剂和符合GB/T 6682的三级水。

7.1.1 硫酸：质量浓度＞98 %。

7.1.2 1,3,5-三氯苯：质量浓度＞99 %。

7.1.3 二甲苯。

7.1.4 无水乙酸钠：质量浓度＞99 %。

7.1.5 乙酸。

7.1.6 氧气：纯度＞99.9 %。

7.1.7　氩气：纯度＞99.9 %。

7.1.8　电解池电解液：将 0.27 g 无水乙酸钠溶解在 20 mL 纯水中，使用乙酸定容到 100 mL 容量瓶中，或者遵循制造商的建议。

7.1.9　参比电极电解液：同 7.1.8。

7.1.10　氯化物标准溶液：5 μg/mL。

称取 0.0853 g 左右的 1,3,5-三氯苯（记为 *m*），转移至 100 mL 容量瓶 A 中，用二甲苯稀释定容，摇匀。从容量瓶 A 中取 1 mL 转移至 100 mL 容量瓶 B 中，用二甲苯稀释定容。使用公式（1）计算该溶液的浓度。

$$c = \frac{m \times 58.61\% \times 10^6}{100 \times (100/1)} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

c——标准溶液的浓度，二甲苯中氯的含量，单位为微克每毫升（μg/mL）；

m——称量的1,3,5-三氯苯质量，单位为克（g）；

58.61%——1,3,5-三氯苯中氯的质量百分比；

10^6——克换算微克的系数；

100——容量瓶A、B的定容体积，单位为毫升（mL）；

1——容量瓶A中溶液转移至容量瓶B中的样品量，单位为毫升（mL）。

7.2　仪器设备

7.2.1　密气采样注射器：容量为 100 μL，能够精确输送 10 μL～100 μL 的样品。

7.2.2　流量控制器：保持氧气流量稳定。

7.2.3　热解炉：能够保持高温，将样品中存在的所有氯转化为氯化氢。

7.2.4　热解管：由石英制成，构造结构保证待测样品可随氧气吹扫到加热区与氧气发生燃烧反应。热解管的入口端保证样品完全引入，入口端有一个侧臂用于引入氧气，热解管必须有足够的体积，以确保样品完全燃烧。

7.2.5　除水单元：连接燃烧管末端，燃烧后的气体经硫酸溶液去除水分子，其它气体进入滴定池。

7.2.6　滴定池：包含一对参比电极和传感器电极，一对工作电极（阴阳电极），一对气体入口和排气出口，同时带有磁力搅拌功能。

注：过快的搅拌速度会使搅拌棒脱开，导致其在滴定池中上升，并可能损坏电极。在池中产生轻微的涡旋就足够了。

7.2.7　微库仑计：能够测量传感-参比电极对的电位，并将该电位与偏置电位进行比较，然后将差值放大到工作电极对以产生电流。微库仑计的输出电压信号应与产生的电流成正比。

7.2.8　控制器：带有参比电极、工作电极和传感器电极的连接。控制器用于设置操作参数和整合数据。

7.2.9　分析天平：精确为 0.1 mg；

7.2.10　单标记容量瓶（以下称为容量瓶）：所需的体积为 10 mL、25 mL、100 mL。

7.3 测定步骤

7.3.1 仪器准备：按照制造商说明安装仪器，将电解液倒入滴定池中，根据运行条件调整气体流量和热解温度。推荐氧气流量为 200 mL/min，氩气流量为 100 mL/min，温度为 1050 ℃。

7.3.2 校准曲线：取配制好的氯化物标准溶液（7.1.10），使用密气采样注射器调整不同进样体积进样。推荐体积范围 10 μL～100 μL 间取 5 个点，标线中氯含量为 0.05 μg～0.5 μg。以氯含量为横坐标，以积分信号为纵坐标绘制校准曲线。根据获得的校准曲线，确定线性回归方程，如下所示：

$$Y = k_1 X + k_0$$

式中：

k_1——线性曲线的斜率；

k_0——线性曲线的截距。

如果相关系数小于 0.995，则重新绘制曲线。

7.3.3 样品稀释：称量待测样品，记录质量 m_1，使用二甲苯溶解样品并转移至容量瓶中，使用二甲苯定容，记录定容体积 V_1。推荐取样及定容量：取 1 g MDI、TDI 定容至 10 mL，取 0.1 g PM 定容至 25 mL。

7.3.4 样品分析：稀释后的样品使用密气采样注射器进样，推荐进样体积 100 μL。测试完成后，调用标准曲线得到氯含量值 A_i。

7.4 结果计算

总氯的质量分数以 ω_{Cl} 计，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$\omega_{cl} = \frac{A_i \times V_1 / m_1}{1000000} \times 100$$

$$= \frac{A_i \times V_1}{10000 \times m_1} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

A_i——稀释后样品氯含量，单位为mg/L；

V_1——稀释定容后的体积，单位为mL；

m_1——称样量，单位为g；

10000——毫克每升换算为克每毫升的换算系数。

7.5 精密度

精密度参见附录A。

8 方法 B：氧弹法

8.1 试剂和材料

本方法所用试剂和水，除非另有规定，应为分析纯试剂和符合GB/T 6682的三级水。

8.1.1 硝酸溶液：（1＋1）。

将盛有100 mL水的烧杯置于冰水浴中，在搅拌下缓慢加入100 mL浓硝酸。

8.1.2 碳酸钠溶液：50 g/L。

称取135 g十水碳酸钠($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$)溶解于水中，稀释至1 L。

8.1.3 硝酸银标准滴定溶液：c（$AgNO_3$）=0.01 mol/L。

用0.1 mol/L硝酸银标准滴定溶液稀释后保存在棕色瓶中备用，有效期1个月。

8.1.4 甲基红指示液：ρ=1 g/L。

按GB/T 603的规定进行配置。

8.1.5 氧气：不含可燃物及卤族化合物，纯度达到99.999 %以上。

8.2 仪器和设备

8.2.1 点火丝：铁镍铬，编号No.34 B和S量规。

8.2.2 氧弹式量热仪：由氧弹、点火单元、内筒、外筒、燃烧皿等组成（见图1）。

氧弹技术参数如下：

a) 容量：300 mL；
b) 充氧压力：2.0 MPa～3.0 MPa；
c) 耐压性能水压：20 MPa；
d) 质量：2.5 kg；
e) 外型尺寸：φ86.2 mm ×181 mm；
f) 材质：由耐热、耐腐蚀的镍铬合金钢制成。

8.2.3 充氧装置，技术参数如下：

a) 使用工作压力：最大4 MPa；
b) 压力表：0 MPa～6 MPa；
c) 正常充氧压力：3 MPa；
d) 充氧时间：≥30 s。

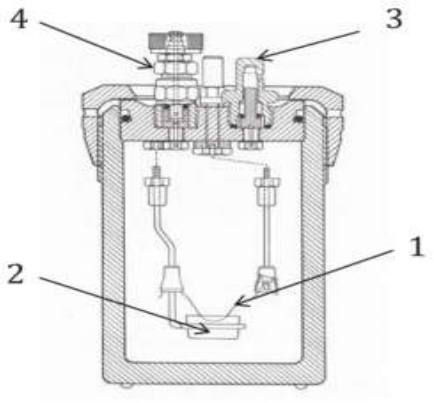
8.2.4 电位滴定仪：配有甘汞电极和银-氯化银电极(或复合银电极)、搅拌装置和分度值不大于0.01 mL的微量滴定管。

8.2.5 吸收管：100 mL ，带有输送管或弯成 L 型的玻璃管与乳胶管相连；试验前加水到 50 mL 刻度处，加入 3 mL 0.1 mol/L 的硝酸银溶液和1滴浓硝酸，待用。

注：如出现浑浊表明在释放氧弹时HCl气体有流失，应重新检查系统的密封性。

8.2.6 分析天平：精度为0.0001 g。

8.2.7 称量瓶：10 g。



标引序号说明：

1——点火导线；

2——样品盘；

3——充氧口；

4——氧气排出口。

图1 氧弹式量热仪示意图

8.3 测定步骤

8.3.1 确保氧弹、氧气管线及所有附件不带有任何油脂。

注1：少量油脂也可引起剧烈爆炸。

注2：氧弹重复使用时，内壁会形成一层膜，需定期除去这层膜，具体方法为：把氧弹放在车床上，以 300 r/min 的转速旋转，用 2/0 号石英砂擦亮内表面，或用砂纸蘸上少许机油以防划伤内表面，然后用不含石英砂的氧化铬和水除去污物。在使用氧弹前，用肥皂水洗去残留的油和污物。内表面有小坑的氧弹会造成样品中的氯残留，不应再继续使用。

8.3.2 称取 0.9 g 样品，精确至 0.0005 g，置于燃烧皿中。

注：如果使用的样品超过1 g，就会有严重的安全隐患。

8.3.3 按照氧弹式量热仪说明书在氧弹上固定点火丝，放置燃烧皿，并调整点火丝，使之在样品表面下，但不接触燃烧皿。向氧弹内加入 5 mL 碳酸钠溶液，用淀帚尽可能完全地涂渍弹体，使其内表面（包括头部）完全湿润，拧紧氧弹盖。

8.3.4 按照充氧装置说明书在充氧装置上给氧弹慢慢充氧（(防止从杯中吹出样品)）至 2.0 MPa～2.5 MPa (20 大气压～25 大气压)，关闭氧气阀门，观察氧弹内压力，如果压力下降，则表明漏气，检查并拧紧所有的连接处，重新充氧至 2.0 MPa～2.5 MPa，直到氧弹能保住压力。

8.3.5 向氧弹式量热仪的内筒中装入 3/4 容积的水，将充氧后的氧弹放入水的中心位置，观察氧弹是否漏气。漏点没有处理好不要点火。氧弹在内筒中的整个时间内，内筒冷却水需绕氧弹循环。连接点火单元，点火。点火指导示灯应该亮起，又关闭，且温度上升，表明弹体完全点燃。打开点火单元。如果氧弹没有像显示的那样点火，小心地触摸弹体，如果是凉的，表明试验不成功，按照 8.3.1 至 8.3.5 重新操作。

8.3.6 让氧弹冷却至少 10 min，然后从容器中取出，将吸收管连接到放气阀上，缓慢而均匀地释放压力，至少需要 2 min。有下列情况发生，应重新试验：若吸收管内有沉淀生成，说明氯化氢气体未被完全吸收，应重新试验。当气体全部放出后，打开氧弹检查其内容物，若有不完全燃烧的样品或煤烟的痕迹，表明燃烧不完全，应重新试验。

8.3.7 取出内容物，用水仔细清洗弹头、燃烧皿和内壁，方法如下：用约 100 mL 脱盐水冲洗氧弹弹头、燃烧皿及内壁。用淀帚擦洗氧弹的内部和氧弹盖的内表面，然后冲洗淀帚。转移氧弹中的洗涤液至 250 mL 烧杯中，蒸发至约 25mL 冷却至 10 ℃ 以下，加入 2 滴～3 滴甲基红指示剂，滴加稀 HNO_3 溶液（8.1.4）酸化至溶液颜色由浅黄变为红色后在过量 0.1 mL。插入银/氯化银复合电极，加入 60 mL～100 mL 乙醇覆盖电极尖端，用 0.01 mol/L$AgNO_3$ 标准滴定溶液进行电位滴定。

注：由于很难将最后残留的氯化物从氧弹的壁上冲洗掉，残留的氯化物往往会从一个样品携带到另一个样品。因此，建议避免氯含量高和氯含量低的样品交替使用。

8.3.8 按照 8.3.1 至 8.3.7 的步骤做空白试验。

8.4 结果计算与表达

总氯的质量分数以 ω_{Cl} 计，数值以 % 表示，按式（1）计算

$$\omega_{cl} = \frac{3.55 \times (V_1 - V_0) \times c}{m} \quad \text{.....} (3)$$

式中：

3.55——氯的相对原子质量(35.5)、从毫升到升的换算(1000)和百分数(100)的组合常数；

V_1——滴定试样消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0——滴定空白消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c——硝酸银标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m——试样的质量的数值，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留至小数点后三位。

8.5 精密度

精密度参见附录A。

9 方法 C：氧瓶燃烧法

9.1 试剂和材料

除另有规定，所用试剂的级别应在分析纯及以上，试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规格。

9.1.1 硝酸溶液：（1＋1）。

同8.1.1。

9.1.2 碳酸钠吸收液：ρ=10 g/L。

称取27 g 十水碳酸钠($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$)溶解于水中，稀释至1 L。

9.1.3 硝酸银标准滴定溶液：c（$AgNO_3$）=0.01 mol/L。

同8.1.3。

9.1.4 甲基红指示液：ρ=1 g/L。

同8.1.4。

9.1.5 氧气：同 8.1.5。

9.1.6 脱脂棉：剪成重约 50 mg 的正方形。

9.1.7 滤纸：剪成 6.4 mm×25.4 mm 的纸片。

9.2 仪器设备

9.2.1 氧燃烧瓶：分为燃烧瓶和瓶塞两部分。燃烧瓶为磨口硬质、质地均匀的耐化学腐蚀，1 000 mL 窄口(24/40 标准接头)锥形烧瓶；瓶塞为空心、磨口的硬质玻璃塞，底部熔封一根长 100 mm 的 18 号铂丝，用镊子（避免指纹污染）取 45 目丝径 0.20 mm 铂纱制作一个铂篮作为载样装置。铂篮具体制作步骤及氧燃烧瓶示意图见附录 B。

9.2.2 电位滴定仪：带有甘汞电极和银-氯化银电极(复合银电极)、搅拌装置和分度值小于或等于 0.01 mL 的微量滴定管。

9.2.3 称量瓶或滴瓶：125 mL。

9.2.4 镊子。

9.3 测定步骤

9.3.1 在氧燃烧瓶（9.2.1）中加入 25 mL Na_2CO_3吸收液（9.1.5）。用适量的氧气（9.1.8）以合适的速度吹扫氧燃烧瓶至少 30 s，充分置换空气，同时，用镊子（9.2.4）将脱脂棉方片（9.1.10）和滤纸条(9.1.11)放入载样装置铂篮中。

注：因手指含有少量的氯，整个操作过程中，使用镊子夹取脱脂棉和滤纸，避免用手直接接触。

9.3.2 用减量法称取约 0.2 g 样品置于脱脂棉上，精确至 0.001 g。

9.3.3 一手平握氧燃烧瓶，另一只手持瓶塞，将铂篮中的滤纸条用酒精灯点燃后，快速平稳地将瓶塞插入氧燃烧瓶内并固定好，用手顶住瓶塞的同时将瓶底向上倾斜，使吸收液封住瓶口。燃烧时瓶内压力会突然增大，为防止燃烧瓶破碎伤人，本步骤应在通风柜中进行，且操作者应佩戴安全面罩、戴防护手套处理氧燃烧瓶。

9.3.4 燃烧完成后，小心轻摇燃氧燃烧瓶，使 Na_2CO_3吸收液润湿烧瓶内壁，不能弄湿铂丝，放置 5 min～10 min。

9.3.5 打开瓶塞，用氧气以合适的速度吹扫氧燃烧瓶以置换空气。

9.3.6 在同一氧燃烧瓶中，按 9.3.2～9.3.4 再重复进行两次，重新称量滴瓶的重量，确定样品燃烧的总量。

9.3.7 打开瓶塞，将吸收液转移至 100 mL 烧杯中，用少量 Na_2CO_3吸收液冲洗氧燃烧瓶内壁、瓶塞、铂丝三次，一并转移到 100 mL 烧杯中，Na_2CO_3吸收液总体积不超过 50 mL。加 2 滴～3 滴甲基红指示剂

（9.1.9），滴加硝酸溶液（9.1.4）酸化至溶液颜色由浅黄色变为红色后再过量 0.1 mL，插入复合银电极，没过电极尖端，用硝酸银标准滴定溶液（9.1.7）进行电位滴定。

9.3.8 同时做空白试验。

9.4 结果计算与表达

总氯的质量分数以 ω_{Cl} 计，数值以 % 表示，按式（4）计算：

$$\omega_{cl}=\frac{3.55\times\left(V_2-V_0\right)\times c}{m_1} \quad \text{.....(4)}$$

式中：

3.55——氯的相对原子质量(35.5)、从毫升到升的换算(1000)和百分数(100)的组合常数；

V_2——滴定试样消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0——滴定空白消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c——硝酸银标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m_1——试样的质量的数值，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留至小数点后三位。

9.5 精密度

精密度参见附录A。

10 测试报告

试验报告应包括以下内容：

a) 标明本文件编号；

b) 标明识别所分析产品所需的所有细节(如制造商、产品类型、批号或编号、生产日期，如要求)；

c) 检测结果以百分数(%)表示，准确至 0.001 %；

d) 试验日期；

e) 可能影响结果的本文件未规定的任何事件或细节。

附　录　A
（资料性）
有限试验数据获得的精密度

A.1　方法A：微库仑法

重复性——同一个操作者使用相同的仪器设备在同一天所得平行样的结果，当总氯含量水平为不大于0.010 % 时，两平行测定结果的最大绝对差值不大于0.001 %，当总氯含量水平为0.010 %～0.050 %时，两平行测定结果的最大绝对差值不大于0.003 %（95 %置信水平），当总氯含量水平大于0.050 %时，两平行测定结果的最大绝对差值不大于0.010 %。

未进行再现性验证试验。

A.2　方法B：氧弹法

重复性——同一个操作者使用相同的仪器设备在同一天所得平行样的结果，当总氯含量水平为不大于 0.010 % 时，两平行测定结果的最大绝对差值不大于 0.002 %，当总氯含量水平为 0.010 %～0.030 %时，两平行测定结果的最大绝对差值不大于 0.007 %（95 %置信水平）。

再现性——不同实验室同一样品平行样的结果，差值应不大于 0.025 %（95 %置信水平）。

A.3　方法C：氧瓶燃烧法

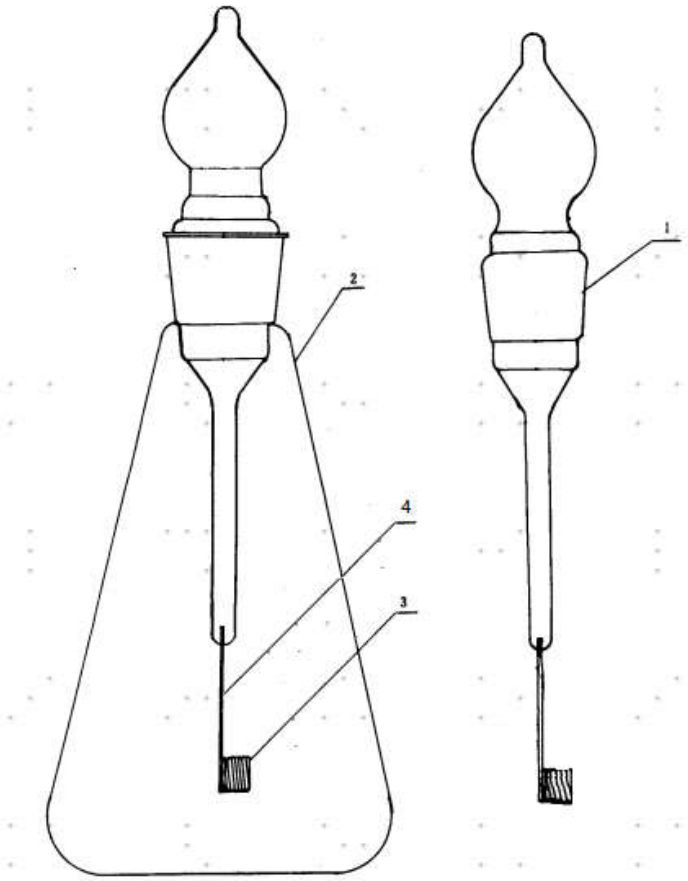
重复性——同一个操作者使用相同的仪器设备在同一天所得平行样的结果，当总氯含量水平为不大于 0.010 % 时，两平行测定结果的最大绝对差值不大于 0.002 %，当总氯含量水平为 0.010 %～0.030 %时，两平行测定结果的最大绝对差值不大于 0.007 %（95 %置信水平）。

再现性——不同实验室同一样品平行样的结果，差值应不大于 0.025 %（95 %置信水平）

附　录　B
（规范性）
氧瓶燃烧法中铂篮制作步骤及装置示意图

将一块12.7 mm ×25.4 mm的铂纱的边缘折叠起来(约1.6 mm高)，并将其卷曲，以防止铂纱散开。把18号铂丝末端25.4 mm弯成直角，把铂纱制作的篮子放在25.4 mm的部分上。把铂丝的最后部分缠在铂纱上，使纱布牢固固定。把纱布的边缘弯曲成一个开口的篮子。瓶塞塞入燃烧瓶后，铂丝载样装置下端距离瓶底约为瓶身高度的1/3（见图B.1）。

注：由于手含有少量氯化物，指纹污染可能很严重，制作过程中避免指纹污染。



标引序号说明：

1——磨口玻璃塞；

2——1000 mL燃烧瓶；

3——铂纱；

4——铂丝。

图B.1 氧燃烧瓶示意图