

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7139—2023

代替 GB/T 7139—2002

## 塑料 氯乙烯均聚物和共聚物 氯含量的测定

Plastics—Vinyl chloride homopolymers and copolymers—  
Determination of chlorine content

(ISO 1158:1998, MOD)

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 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。

本文件代替 GB/T 7139—2002《塑料 氯乙烯均聚物和共聚物 氯含量的测定》，与 GB/T 7139—2002 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了文件的范围(见第1章,2002年版的第1章)；
- b) 更改了原理(见4.1、5.1,2002年版的第3章)；
- c) 更改了硝酸溶液浓度的单位,增加了配制方法(见4.2.3、5.2.4,2002年版的4.1)；
- d) 增加了电位滴定法滴定终点的判定方法(见4.4.8、5.4.8)；
- e) 增加了氢氧化钾溶液的配制方法(见5.2.3)；
- f) 更改了对燃烧瓶的规定(见5.3.4,2002年版的5.8)；
- g) 更改了滤纸要求(见5.3.5,2002年版的5.9)；
- h) 更改了燃烧瓶法中收集燃烧后液体的试验步骤和收集的液体量(见5.4.6,2002年版的7.2.5)；
- i) 更改了燃烧瓶法的允许差(见5.6,2002年版的8.2)；
- j) 删除了佛尔哈德法测定氯含量(见2002年版的附录B、附录C)。

本文件修改采用 ISO 1158:1998《塑料 氯乙烯均聚物和共聚物 氯含量的测定》。

本文件与 ISO 1158:1998 相比,在结构上有较多调整,两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录A。

本文件与 ISO 1158:1998 相比,存在较多技术差异,在所涉及的条款的外侧页边空白位置用垂直单线( | )进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录B。

本文件做了下列编辑性改动：

- 增加了附录A(资料性)“本文件与 ISO 1158:1998 相比的结构编号变化对照情况”；
- 增加了附录B(资料性)“本文件与 ISO 1158:1998 的技术差异及其原因”；
- 增加了附录C(资料性)“过氧化钠、淀粉或蔗糖、试样的装填方法”。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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/TC 15)归口。

本文件起草单位：山东高信化学股份有限公司、山东祥生新材料科技股份有限公司、新疆天业(集团)有限公司、金川集团化工有限责任公司、深圳市北测检测技术有限公司、锦西化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：高旭东、金胜波、郭涛、齐玉林、宋晓玲、王曙光、贾小军、周业华、季珊、汪海位、荣兴、李岩松、张文学。

本文件于1986年首次发布,2002年第一次修订,本次为第二次修订。

# 塑料 氯乙烯均聚物和共聚物 氯含量的测定

警示——使用本文件的人员需有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。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。

## 1 范围

本文件描述了测定氯乙烯均聚物和共聚物中氯含量的方法。

本文件适用于不含增塑剂和添加剂的氯乙烯均聚物、共聚物中氯含量的测定。其他不含增塑剂和添加剂的含氯聚合物中氯含量的测定参照使用。

## 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 9725—2007 化学试剂 电位滴定法通则

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法 A——燃烧弹法

### 4.1 原理

试样用过氧化钠氧化,然后用电位滴定法滴定生成的氯化物。

### 4.2 试剂或材料

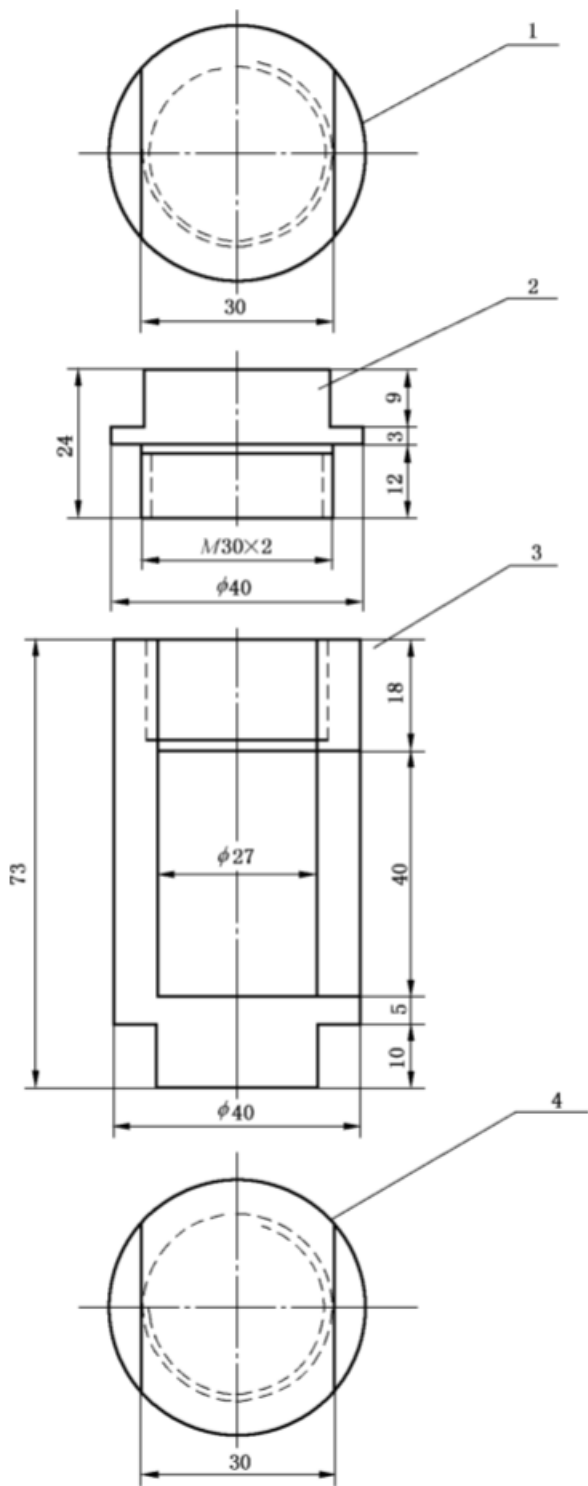
除非另有规定,在分析中应使用分析纯试剂和 GB/T 6682 中的三级水或相当纯度的水,所需的标准滴定溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

- 4.2.1 过氧化钠,粒状或粉状。
- 4.2.2 浓硝酸。
- 4.2.3 硝酸溶液,125 g/L。量取 135 mL 浓硝酸,稀释到 1 000 mL。
- 4.2.4 硝酸银标准滴定溶液, $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。
- 4.2.5 淀粉、蔗糖或乙二醇,作为助燃剂。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 干燥箱,能保持在 $(50\pm2)^\circ\text{C}$ 或 $(75\pm2)^\circ\text{C}$ 。
- 4.3.2 天平,精度 0.1 mg。
- 4.3.3 电位滴定仪,精度 2 mV;电极为 216 型指示银电极、217 型双盐桥饱和甘汞参比电极。
- 4.3.4 燃烧弹,气点火或电点火。气点火燃烧弹的示例见图 1。

单位为毫米

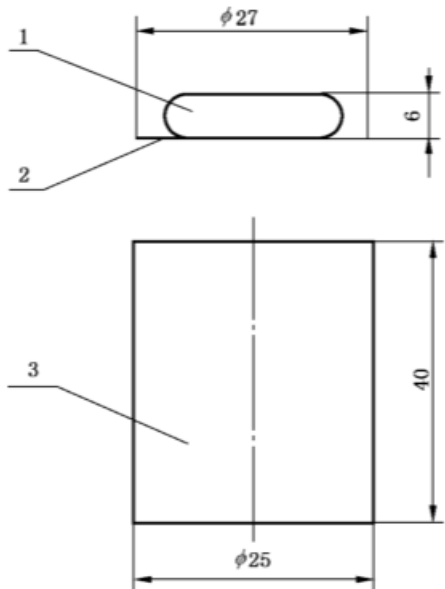


标引序号说明：  
1——盖俯视图；  
2——盖正视图；  
3——弹体正视图；  
4——弹体仰视图。

图 1 气点火燃烧弹示例

4.3.5 镍坩埚,有盖,能装入气点火燃烧弹中,合适的尺寸为直径 25 mm、高 40 mm,如果减少测试样的量,可以用小一点的坩埚。镍坩埚的示意图见图 2。

单位为毫米



标引序号说明:

- 1——铆接手柄;
- 2——盖;
- 3——内部非常轻微的逐渐变细的纺锤形镍坩埚。

图 2 镍坩埚示意图

4.3.6 安全炉。

4.3.7 一般实验室仪器。

4.4 试验步骤

4.4.1 将粉状或粒状,或长、宽、高为 1 mm~3 mm 小块的试样,在干燥箱中 75 ℃下干燥 2 h 或 50 ℃下干燥 16 h。

4.4.2 如果使用气点火燃烧弹,在镍坩埚熔杯中先放入 5.0 g~7.5 g 过氧化钠,然后放入 0.25 g~0.30 g 干燥过的试样(称准至 0.1 mg)和 0.16 g~0.17 g 助燃剂,混合,再放入 5.0 g~7.5 g 过氧化钠。向镍坩埚中加入过氧化钠的操作应在保护屏壁后进行。搅拌混合,盖好盖,将镍坩埚放入燃烧弹,并拧紧燃烧弹。气点火燃烧弹内试样装填的另一种方法见附录 C。

如果使用电点火燃烧弹,在熔杯中先放入 5.0 g~7.5 g 过氧化钠,然后放入 0.25 g~0.30 g 干燥过的试样(称准至 0.1 mg)和 0.16 g~0.17 g 助燃剂,混合,再放入 5.0 g~7.5 g 过氧化钠。向熔杯中加入过氧化钠的操作应在保护屏壁后进行。安装燃烧弹并轻敲使装填物堆积紧密。

4.4.3 点燃燃烧弹。如果使用气点火燃烧弹,应将其放入安全炉内进行点火燃烧。先使用一空燃烧弹调节火焰,使火焰距弹体底部几毫米,然后移出空燃烧弹,放入试样燃烧弹。加热试样燃烧弹至 300 ℃~400 ℃约 10 min。燃烧通常在 50 ℃~60 ℃下开始,发出噼啪声,弹体底部开始发出灼热光。

如果使用电点火燃烧弹,按设备使用说明书进行操作。

4.4.4 冷却燃烧弹。如果弹体是在水中冷却,注意不应使水接触到塞子与弹体之间的接合处。当怀疑反应是否发生时,不应将弹体物料溶于水中,因为这可能引起爆炸。宜将弹体内容物平铺在干沙上,在安全距离外用水喷射然后用大量水冲洗。

弹体冷却后,如果使用气点火燃烧弹,打开燃烧弹,取出镍坩埚将其小心放入装有 100 mL 蒸馏水

的烧杯中,用表面皿立即盖住烧杯,当反应停止后,冲洗弹体内部和塞子,洗液放入烧杯中。

弹体冷却后,如果使用电点燃燃烧弹,冷却后拆下,打开头部并将物料倒入装有 100 mL 蒸馏水的烧杯中,将熔杯和头部卧放在同一烧杯中并立即用表面皿盖住。

4.4.5 加热烧杯至物料沸腾,冷却,移出镍坩埚和盖或熔杯和头部,用水冲洗并将洗液收集到烧杯中。

4.4.6 缓慢加 15 mL 浓硝酸(4.2.2),再边搅拌边滴加硝酸溶液(4.2.3)至混合物为中性,然后过量 2 mL 硝酸溶液(4.2.3),用水稀释烧杯中物料至约 200 mL。

注:甲基橙为中和用的适宜指示剂。

4.4.7 不加试样,采用与试样完全相同的试验步骤、试剂和用量进行一次空白燃烧试验。

4.4.8 用电位滴定法进行氯含量测定,滴定终点由仪器自动给出或按 GB/T 9725—2007 中 6.2 作图法、二级微商法确定。

4.5 试验数据处理

样品中氯(Cl)含量以质量分数  $w_1$  计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 M (V_1 - V_2)}{1\,000 \times m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $c_1$  ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $M$  ——氯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=35.453$ );
- $V_1$  ——测定试样所用的硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$  ——测定空白燃烧试验所用的硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m_1$  ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留一位小数。

4.6 允许差

2 次测定值之差的绝对值不超过 0.2%,取 2 次平行测定结果的算术平均值为报告结果。

5 方法 B——燃烧瓶法

5.1 原理

试样用氧气氧化,然后用电位滴定法滴定生成的氯化物。

5.2 试剂或材料

除非另有规定,在分析中应使用分析纯试剂和 GB/T 6682 中的三级水或相当纯度的水,所需的标准滴定溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

5.2.1 硝酸钠。

5.2.2 过氧化氢溶液,300 g/L。

5.2.3 氢氧化钾溶液,100 g/L。称取 100 g 氢氧化钾,分 3 次~5 次加入到装有 300 mL 水的烧杯中,边搅拌边在冷水下冷却至常温,转移到 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.2.4 硝酸溶液,125 g/L。量取 135 mL 浓硝酸,稀释到 1 000 mL。

5.2.5 硝酸银标准滴定溶液, $c(\text{AgNO}_3)=0.05\text{ mol/L}$ 。

5.2.6 氧气。

5.3 仪器设备

5.3.1 干燥箱,能保持在(50±2)℃或(75±2)℃。



- 5.3.2 天平,精度 0.01 mg。
- 5.3.3 电位滴定仪,精度 2 mV。电极为 216 型指示银电极、217 型双盐桥饱和甘汞参比电极。
- 5.3.4 燃烧瓶,圆底烧瓶或其他合适的装置,容积 500 mL 或 1 000 mL,瓶塞与燃烧装置相连。燃烧装置用直径 1 mm、长 120 mm 的铂丝做成,铂丝缠绕成直径 15 mm、长 15 mm 的螺旋。瓶塞塞紧后螺旋在瓶子中心部位。为保证安全,燃烧操作中宜有防爆措施,宜用金属网将燃烧瓶罩起来。瓶塞连接铂丝的燃烧瓶示例见图 3。

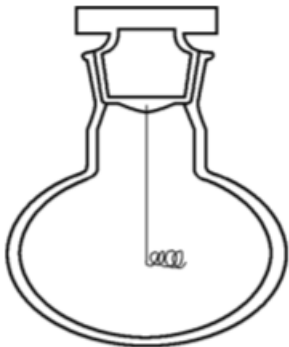


图 3 瓶塞连接铂丝的燃烧瓶示例

- 5.3.5 定量滤纸。
- 5.3.6 一般实验室仪器。

5.4 试验步骤

- 5.4.1 将粉状或粒状,或长、宽、高为 1 mm~3 mm 小块的试样,在干燥箱中 75 ℃下干燥 2 h 或 50 ℃下干燥 16 h。
- 5.4.2 在裁成如图 4a)所示并预先标记折叠线的定量滤纸上放入 25 mg~35 mg 干燥过的试样(称准至 0.01 mg),然后如图 4b)、图 4c)和图 4d)折叠滤纸,并将其夹在铂丝螺旋上,将纸的尾部伸出。

单位为毫米

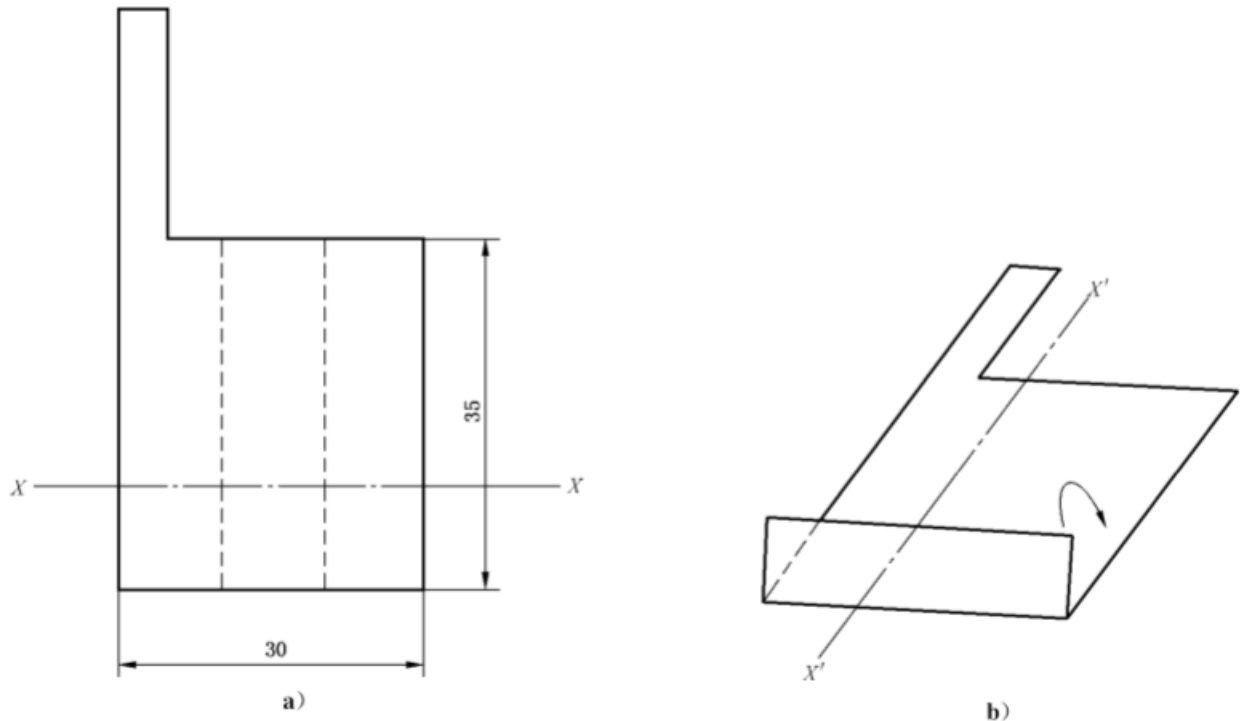


图 4 含有试样的滤纸的折叠

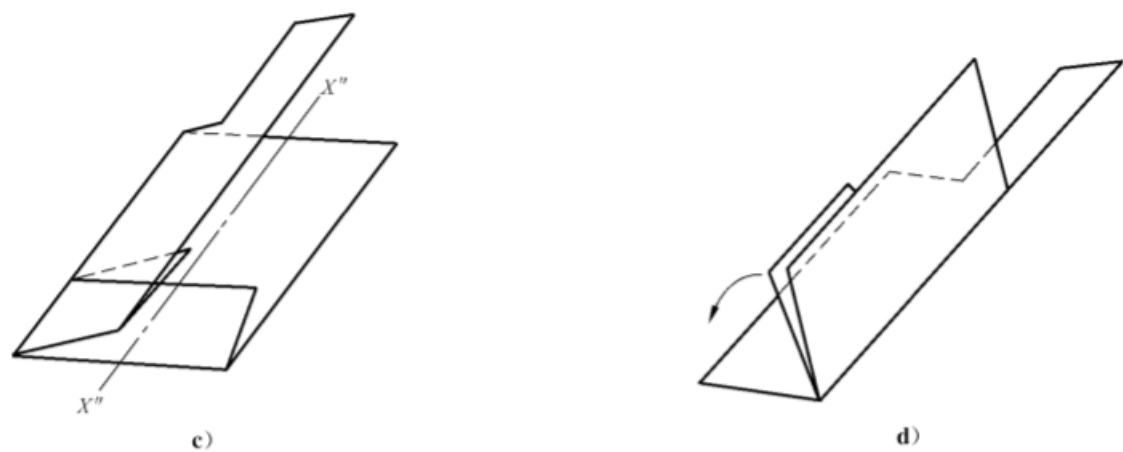


图 4 含有试样的滤纸的折叠（续）

- 5.4.3 向燃烧瓶中加入 20 mL 水、1 mL 氢氧化钾溶液和 0.15 mL 过氧化氢溶液，用玻璃管以 250 mL/min~350 mL/min 的流量通氧气 5 min。
- 5.4.4 点燃滤纸尾部并迅速将带有铂丝和燃烧的滤纸的瓶塞插入到燃烧瓶中。
- 5.4.5 燃烧期间，保持燃烧瓶倒置以使液体封住瓶口，并防止气体因瓶塞泄漏而逸出。燃烧过程中或燃烧后出现灰色或黑色碎片或颗粒，应重新取样燃烧。燃烧结束后，转动燃烧瓶直立并在冷水流下轻轻摇动以迅速吸收所产生的氯化氢。
- 5.4.6 吸收 30 min 后，打开燃烧瓶，冲洗铂丝，将燃烧瓶中液体倒入 250 mL 烧杯中，冲洗燃烧瓶至少 3 次，冲洗液也倒入烧杯，并使烧杯中液体的最后的体积为 150 mL~180 mL，加 1 g 硝酸钠和 2.5 mL 硝酸溶液，煮沸溶液 5 min。冷却至常温。
- 5.4.7 不加试样，采用与试样完全相同的试验步骤、试剂和用量进行一次空白燃烧试验。
- 5.4.8 用电位滴定法进行氯含量测定，滴定终点由仪器自动给出或按 GB/T 9725—2007 中 6.2 作图法、二级微商法确定。

5.5 试验数据处理

样品中氯(Cl)含量以质量分数  $w_2$  计，按公式(2)计算：

$$w_2 = \frac{c_2 M (V_3 - V_4)}{1\,000 \times m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $c_2$  ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
- $M$  ——氯的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)( $M=35.453$ )；
- $V_3$  ——测定试样所用的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- $V_4$  ——测定空白燃烧试验所用的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- $m_2$  ——试样的质量，单位为克(g)。

计算结果保留一位小数。

5.6 允许差

2 次测定值之差的绝对值不超过 0.4%，取 2 次平行测定结果的算术平均值为报告结果。

6 试验报告

试验报告应包括：



- 注明引用本文件；
- 试验对象；
- 所使用的试验方法(方法 A 或方法 B)；
- 样品的氯的质量分数；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A  
(资料性)

本文件与 ISO 1158:1998 相比的结构编号变化对照情况

表 A.1 给出了本文件与 ISO 1158:1998 结构编号对照一览表。

表 A.1 本文件与 ISO 1158:1998 结构编号对照情况

本文件结构编号	ISO 1158:1998 结构编号
1	1
2	—
3	—
4	—
4.1	2
4.2	—
4.2.1	3.4
4.2.2	3.3
4.2.3	3.2
4.2.4	3.1
4.2.5	3.5
4.3	—
4.3.1	4.1
4.3.2	4.2
4.3.3	4.3
4.3.4	4.4
4.3.5	4.5
4.3.6	4.6
4.3.7	—
4.4	—
4.4.1	5
4.4.2	6.1.1
4.4.3	6.1.2
4.4.4	6.1.3,6.1.8
4.4.5	6.1.4
4.4.6	6.1.5
4.4.7	6.1.7
4.4.8	6.1.6
4.5	7.1

表 A.1 本文件与 ISO 1158:1998 结构编号对照情况（续）

本文件结构编号	ISO1158:1998 结构编号
4.6	7.2
5	—
5.1	2
5.2	—
5.2.1	3.7
5.2.2	3.9
5.2.3	3.8
5.2.4	3.2
5.2.5	3.1
5.2.6	3.6
5.3	—
5.3.1	4.1
5.3.2	4.2
5.3.3	4.3
5.3.4	4.8
5.3.5	4.9
5.3.6	4.10
5.4	—
5.4.1	5
5.4.2	6.2.1
5.4.3	6.2.2
5.4.4	6.2.3
5.4.5	6.2.4
5.4.6	6.2.5
5.4.7	6.2.6
5.4.8	6.2.5
5.5	7.1
5.6	7.2
6	9
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	—
—	4.7,8

附 录 B  
(资料性)

本文件与 ISO 1158:1998 的技术差异及其原因

表 B.1 给出了本文件与 ISO 1158:1998 技术差异及其原因的一览表。

表 B.1 本文件与 ISO 1158:1998 技术差异及其原因

本文件结构编号	技术差异	原因
1	增加“其他不含增塑剂和添加剂的含氯聚合物中氯含量的测定可参照采用。”	增加本文件的适用性
4.1	更改了原理	与本文件内容相符
4.2	增加了规范性引用文件 GB/T 601、GB/T 603 和 GB/T 6682	符合我国的技术条件,便于本文件的应用
4.2.3	更改了硝酸溶液的浓度的单位,增加了配制方法	符合我国的技术条件,便于本文件的应用
4.3.3	删除了佛尔哈德滴定仪,增加了电位滴定仪的要求	与本文件内容相符,便于本文件的应用
4.4.2	更改过氧化钠的加入量	适合我国的技术条件,便于本文件的应用
4.4.3	增加了电点火燃烧弹的点火说明	增加可操作性,便于本文件的应用
4.4.6	更改浓硝酸的加入量	与本文件内容相符,便于本文件的应用
4.4.8	增加终点的判定方法	增加可操作性,便于本文件的应用
4.4.8	增加了规范性引用文件 GB/T 9725—2007	符合我国的技术条件,便于本文件的应用
4.5	更改氯含量的计算公式	符合 GB/T 20001.4—2015 的要求
4.5	增加了计算结果保留一位小数	便于本文件的应用
5.1	更改了原理	与本文件内容相符
5.2	增加了规范性引用文件 GB/T 601、GB/T 603 和 GB/T 6682	符合我国的技术条件,便于本文件的应用
5.2.3	增加了氢氧化钾溶液的配制方法	便于本文件的应用
5.2.4	更改了硝酸溶液的浓度的单位,增加了配制方法	符合我国的技术条件,便于本文件的应用
5.3.3	删除了佛尔哈德滴定仪,增加了电位滴定仪的要求	与本文件内容相符,便于本文件的应用
5.3.4	更改燃烧瓶的要求	增加本文件的适用性
5.3.5	更改滤纸的要求	适合我国的技术条件
5.4.6	更改收集燃烧后液体的试验步骤和收集的液体量	增加可操作性,提高数据的准确性

表 B.1 本文件与 ISO 1158:1998 技术差异及其原因（续）

本文件结构编号	技术差异	原因
5.4.8	增加终点的判定方法	增加可操作性,便于本文件的应用
5.4.8	增加了规范性引用文件 GB/T 9725—2007	符合我国的技术条件,便于本文件的应用
5.5	更改氯含量的计算公式	符合 GB/T 20001.4—2015 的要求
5.5	增加了计算结果保留一位小数	便于本文件的应用
5.6	更改允许差	便于本文件的应用
—	删除精密度	未获得相关试验数据

附 录 C

(资料性)

过氧化钠、淀粉或蔗糖、试样的装填方法

气点火燃烧弹的试样装填按下述步骤操作：

将 4 g~6 g 过氧化钠放入镍坩埚中,再加入 0.16 g~0.17 g 淀粉或蔗糖及 0.20 g~0.25 g 试样(称准至 0.1 mg)。加盖轻轻摇匀,然后加入 2 g 过氧化钠,并用镍丝将全部物料搅拌均匀,再加入 4 g~7 g 过氧化钠,覆盖表面。轻轻敲击,使装填物密实,然后将已盖好盖子的坩埚放到燃烧弹内,封紧燃烧弹。

---