



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 2678.2—2008

代替 GB/T 2678.2—1994、GB/T 2678.5—1996

## 纸、纸板和纸浆 水溶性氯化物的测定

Paper, board and pulp—Determination of water soluble chlorides

2008-03-24 发布

2008-10-01 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  
包装地带

## 前 言

本标准是对 GB/T 2678.2—1994《纸浆、纸和纸板水溶性氯化物的测定(硝酸汞法)》和 GB/T 2678.5—1996《纸、纸板和纸浆水溶性氯化物的测定(硝酸银电位滴定法)》的修订,并将两项国家标准进行整合。

本标准代替 GB/T 2678.2—1994 和 GB/T 2678.5—1996。

本标准与 GB/T 2678.2—1994、GB/T 2678.5—1996 相比主要变化如下:

- 增加了精密酸度计及分析天平两种仪器;
- 增加了对所用的玻璃器皿和其他接触到试样或抽提液的仪器、工具均应按规定进行浸泡、煮沸和清洗的内容。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会归口。

本标准由浙江凯恩特种材料股份有限公司、浙江省特种纸与纸制品质量检验中心负责起草。

本标准主要起草人:李大方、陈万平、潘瑞芳、汪东伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 2678.2—1981,GB/T 2678.2—1994;
- GB/T 5403—1985,GB/T 2678.5—1996。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会负责解释。

## 纸、纸板和纸浆 水溶性氯化物的测定

### 1 范围

本标准规定了纸、纸板和纸浆水溶性氯化物的硝酸汞测定法和硝酸银电位滴定测定法。

硝酸汞法适用于各种纸、纸板和纸浆。

硝酸银电位滴定法适用于电气用纸和一般用纸。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 450 纸和纸板试样的采取(GB/T 450—2002,eqv ISO 186:1994)

GB/T 462 纸和纸板 水分的测定(GB/T 462—2003,ISO 287:1985,MOD)

GB/T 740 纸浆 试样的采取(GB/T 740—2003,ISO 7213:1981,IDT)

GB/T 741 纸浆 分析试样水分的测定(GB/T 741—2003,ISO 638:1978,MOD)

### 3 硝酸汞法

#### 3.1 原理

试样用沸水抽提 1 h,在含有氯离子的溶液中,滴入易溶解的硝酸汞标准滴定溶液,此时汞离子立即与氯离子作用生成难溶的二氯化汞。在滴定液中加入过量乙醇以降低其溶解度,当溶液中氯离子全部变成氯化汞后,微过量的汞离子立即与加入溶液中的二苯卡巴腓形成紫色的汞化物。

#### 3.2 试剂

3.2.1 试验时,应使用分析纯试剂(A. R.)和蒸馏水或去离子水,电导率应小于 0.2 mS/m。

3.2.2 过氧化氢(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)溶液:30%(质量分数)。

3.2.3 乙醇(CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH)溶液:95%(体积分数)。

3.2.4 硝酸(HNO<sub>3</sub>)溶液:1 mol/L。

3.2.5 氢氧化钠(NaOH)溶液:0.50 mol/L。

3.2.6 氯化钠标准溶液[c(NaCl)=0.01 mol/L]:准确称取经 500℃~600℃灼烧 2 h 的基准氯化钠 0.584 6 g 溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度。

3.2.7 硝酸汞标准溶液:配制及标定参见附录 A。

3.2.8 二苯卡巴腓(C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>ON<sub>4</sub>):10 g/L,称取 0.25 g 二苯卡巴腓溶于 95%的乙醇 25 mL 中,贮于棕色瓶中,此溶液每周配制一次。

#### 3.3 仪器

3.3.1 仔细清洗所用的玻璃器皿和其他接触到试样或抽提液的仪器,所有的玻璃器皿均应在 30℃的硝酸(3.2.4)中浸泡 5 min~10 min,并用煮沸的蒸馏水彻底淋洗,用于制备样品的镊子和剪刀应以同样的方法用煮沸的蒸馏水洗净。

3.3.2 分析天平,精确至 0.001 g。

3.3.3 精密酸度计。

3.3.4 恒温水浴。

3.3.5 1 mL 微量滴定管,最小分度为 0.01 mL。

3.3.6 150 mL、250 mL 锥形瓶。

3.3.7 500 mL 的标准抽提器。

### 3.4 试样的采取和制备

纸和纸板试样的采取按照 GB/T 450 的规定进行；浆样的采取按照 GB/T 740 的规定进行。应戴干净的手套拿取样品，将样品撕成或剪成 5 mm×5 mm 的纸样，贮于具有磨口玻璃塞的广口瓶中。操作时应小心拿取，防止污染试样，保持试样远离酸雾，并防止落灰尘。

### 3.5 试验步骤

3.5.1 每个试样抽提两份，并完全按照测试试样的方法做试剂的空白试验。

注：在拿取、存放和操作过程中，应保证待测样品不被大气，特别是化学实验室的大气所污染，也不被裸手操作所污染。

3.5.2 精确称取风干试样(5.0±0.2)g(精确至 0.001 g，同时另称试样测定水分)，装入 500 mL 抽提瓶中，加 250 mL 刚煮沸的蒸馏水，装上回流冷凝管置沸水浴中加热抽提 1 h，取出冷却，用布氏漏斗及预先处理过的滤纸(用热蒸馏水充分洗涤并烘干后备用)过滤于洁净、干燥的锥形瓶中。

3.5.3 用移液管吸取 100 mL 滤液移入 250 mL 锥形瓶中，加入 1 滴 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液，再加入 30% 过氧化氢溶液 1 mL~2 mL，置电热板或电炉上加热浓缩至约 10 mL，冷却，加入 95% 乙醇溶液(3.2.3)20 mL、3 滴 1 mol/L 硝酸溶液(3.2.4)(此时 pH 为 3.0~3.5)、10 滴二苯卡巴腓指示剂(3.2.8)，用 0.01 mol/L 硝酸汞标准溶液(3.2.7)滴定至恰现紫色，即为终点。

### 3.6 结果计算

试样的水溶性氯化物含量 X 应按式(1)进行计算：

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times 35.46}{m \times \frac{100}{200}} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——试样的水溶性氯化物含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

V——试样耗用硝酸汞标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V<sub>0</sub>——空白耗用硝酸汞标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——硝酸汞标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——试样的绝干质量，单位为克(g)；

35.46——与 1.00 mL 硝酸汞标准溶液  $c\left[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\right] = 1.00 \text{ mol/L}$  相当的以毫克表示的氯化物的质量。

两份测定计算值之差不应超过 2 mg/kg。

### 3.7 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准编号及试验方法；
- b) 试验的日期和地点；
- c) 所测物料的标志；
- d) 取两份试样测定的结果作为氯化物含量，结果修约至整数位；
- e) 任何规定操作步骤的变更或可能影响其测定结果的其他细节的变化。

## 4 硝酸银电位滴定法

### 4.1 原理

一定量的片状样品，用沸水抽提 1 h，过滤抽提物并用过氧化氢氧化以减少可能因碳水化合物引起的干扰，加硝酸溶解并酸化试液，然后采用电位滴定法，在丙酮的存在下，以硝酸银滴定来测定氯离子的

含量。

#### 4.2 试剂

4.2.1 试验时,应使用分析纯试剂(A. R.)和蒸馏水或去离子水,电导率应小于0.2 mS/m。

4.2.2 硝酸-水(1+1)。

将500 mL的硝酸( $\rho=1.4$  g/mL)用蒸馏水稀释至1 L。

4.2.3 硝酸: $c(\text{HNO}_3)=1.5$  mol/L。

量取100 mL的硝酸( $\rho=1.4$  g/mL),用蒸馏水稀释到1 L。

4.2.4 丙酮( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ),不含氯化物。

4.2.5 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)=20$  m mol/L。

准确称取经干燥过的硝酸银3.397 g,用蒸馏水使其完全溶解后移入1 000 mL的容量瓶中,并用蒸馏水稀释至刻度。此溶液应避光保存。

4.2.6 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.1$  mol/L。

称取4 g氢氧化钠,用蒸馏水溶解后移入1 000 mL容量瓶中,然后用蒸馏水稀释至刻度。

4.2.7 过氧化氢溶液: $c(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ (质量分数)。

#### 4.3 仪器

4.3.1 仔细清洗所用的玻璃器皿和其他接触到试样或抽提液的仪器,所有的玻璃器皿均应在30℃的硝酸(4.2.3)中浸泡5 min~10 min,并用煮沸的蒸馏水彻底淋洗,用于制备样品的镊子和剪刀应以同样的方法用煮沸的蒸馏水洗净。

4.3.2 电位计或其他的测量仪表,测量的直流电压为0~300 mV,并具有不少于2 mV的准确度。以一支银电极(银离子选择性电极)作指示电极,以一支玻璃电极作参比电极。

注:如果适用,可以使用一台具有马达驱动微量滴定管并绘图记录的电动电位滴定计。

4.3.3 玻璃微量注射器:0.100 mL,可以读到0.001 mL。

4.3.4 500 cm<sup>3</sup>的锥形高等级抗蚀的玻璃或石英瓶。

4.3.5 热水浴及其他加热装置。

4.3.6 分析天平,精确至0.001 g。

4.3.7 磁力搅拌器。

#### 4.4 试样的采取和制备

纸和纸板试样的采取按照GB/T 450的规定进行;浆样的采取按照GB/T 740的规定进行。应戴干净的手套拿取样品,将样品撕成或剪成5 mm×5 mm的纸样,贮于具有磨口玻璃塞的广口瓶中。操作时应小心拿取,防止污染试样,保持试样远离酸雾,并防止落灰尘。

#### 4.5 试验步骤

4.5.1 每个试样抽提两份,并完全按照测试试样的方法做试剂的空白试验。

注:在拿取、存放和操作过程中,应保证待测样品不被大气,特别是化学实验室的大气所污染,也不被裸手操作所污染。

4.5.2 称取风干试样,对于高纯度的电气用纸称取20 g,而对于一般用纸称取4 g,精确至0.001 g,同时另称取试样测定水分。纸和纸板样品水分的测定按GB/T 462进行,纸浆样品水分的测定按GB/T 741进行。将试样装入500 mL的锥形瓶中,对高纯度纸加入300 mL刚煮沸的蒸馏水,对于一般用纸加入100 mL的蒸馏水。装上空气冷凝器,在沸水中抽提60 min±5 min。

当抽提到达时间后取出,让抽提液冷却至室温,倾出或用玻璃滤器过滤,对于高纯度纸,移取150 mL滤液于一个250 mL的烧杯中;对于一般用纸,称取50 mL滤液。然后加入10滴氢氧化钠溶液(4.2.6)及10滴过氧化氢溶液(4.2.7),放在电热板上加热氧化脱色,待溶液蒸发至约5 mL为止。置试液冷却至室温后,加入硝酸溶液(4.2.2)1 mL。

转移此溶液于一个滴定用的50 mL的烧杯中,分别用10 mL丙酮(4.2.4)洗涤烧杯三次。

4.5.3 将电位测定仪(4.3.2)的电极浸入试液中,用电磁搅拌器以一个恒定的速度连续搅拌。

在电位计上读出电位值,利用微量注射器(4.3.3)每次加入 0.01 mL 的硝酸银标准溶液(4.2.5)进行电位滴定。

每加入一次硝酸银标准溶液后,读取一次电位值。电位开始变化缓慢,随着硝酸银标准溶液加入量的增加,电位变化增大,一直滴定到电位值再次出现缓慢变化为止。

注:如果使用自动测定仪,其加入滴定液的速率应为 0.1 mL/min~0.2 mL/min。

#### 4.6 结果计算

试样的水溶性氯化物含量  $X$  应按式(2)进行计算:

$$X = \frac{35.46 \times c \times V_2 \times (V_1 - V_0)}{V_3 \times m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$X$ ——试样的水溶性氯化物含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c$ ——硝酸银标准溶液的浓度,单位为毫摩尔每升(mmol/L);

$V_0$ ——空白滴定时,所消耗硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——滴定试样时,所消耗硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——抽提时加入水的体积,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——滴定所取滤液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样的绝干质量,单位为克(g)。

取两份测定值的平均值作为测定结果。含量在 5 mg/kg 以下时,结果修约至 0.1 mg/kg,其余结果修约至整数。

#### 4.7 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本标准编号及试验方法;
- b) 试验的日期和地点;
- c) 所测物料的标志;
- d) 试样水溶性氯化物的测定结果;
- e) 任何规定操作步骤的变更或可能影响其测定结果的其他细节的变化。

附 录 A  
(资料性附录)  
硝酸汞标准溶液配制及标定

A.1 硝酸汞标准溶液的配制

称取 1.713 0 g 硝酸汞溶于 4 mL(体积分数为 1:1)的硝酸和少量的水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度。

A.2 标定及计算

精确量取 10 mL 氯化钠标准溶液(3.2.6)于 150 mL 锥形瓶中,加入 95%的乙醇 20 mL、1 mol/L 硝酸 3 滴及指示剂(3.2.8)10 滴,摇匀,用 0.01 mol/L 硝酸汞标准溶液滴定至溶液恰现紫色为止。

硝酸汞标准溶液浓度  $c$  按式(A.1)计算:

$$c = \frac{c_1 V_1}{V_2} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

- $c$ ——硝酸汞标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $c_1$ ——氯化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_1$ ——氯化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$ ——硝酸汞标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。