



中华人民共和国国家标准

GB/T 33396—2016

光学功能薄膜 三醋酸纤维素 酯(TAC)膜 卤素含量测定方法

Optical functional films—Cellulose triacetate(TAC) film—
Determination of halogen content

2016-12-30 发布

2017-07-01 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。

本标准由全国光学功能薄膜材料标准化技术委员会(SAC/TC 431)归口。

本标准起草单位:中国乐凯集团有限公司、保定出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:刘晓慧、颜红、杜彦飞、王香艳、刘萍、刘谦、王菲、姜宁、曹大伟。

光学功能薄膜 三醋酸纤维素 酯(TAC)膜 卤素含量测定方法

1 范围

本标准规定了三醋酸纤维素酯(TAC)膜中卤素(氟、氯、溴、碘)含量的氧弹燃烧-离子色谱测定方法。

本标准适用于三醋酸纤维素酯(TAC)膜中卤素(氟、氯、溴、碘)含量的测定,也可用于其他薄膜材料中卤素(氟、氯、溴、碘)含量的检测。

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

3 原理

三醋酸纤维素酯膜样品在含有高压氧气的密闭系统(氧弹燃烧仪)内,通过燃烧氧化,使含卤素的化合物分别转化为氟化物、氯化物、溴化物、碘化物,并被吸收液吸收,与卤素标准溶液进行离子色谱分析比较进行定量。

4 仪器和设备

- 4.1 离子色谱仪。
- 4.2 氧弹燃烧仪。
- 4.3 充氧器。
- 4.4 点火控制器。
- 4.5 点火丝。
- 4.6 天平(感量 0.000 1 g)。
- 4.7 注射器:10.0 mL。
- 4.8 容量瓶:50 mL。
- 4.9 微孔滤膜:孔径 0.22 μm ,水相。

5 试剂

本标准中所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指色谱纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。

- 5.1 氢氧化钾(KOH)。
- 5.2 维生素 C($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)。
- 5.3 高纯氧:(纯度 $\geq 99.999\%$)。

5.4 标准品:

- 氟离子(F^-)标准溶液(1 000 mg/L,水基体);
- 氯离子(Cl^-)标准溶液(1 000 mg/L,水基体);
- 溴离子(Br^-)标准溶液(1 000 mg/L,水基体);
- 碘离子(I^-)标准溶液(1 000 mg/L,水基体)。

5.5 标准储备液的制备:准确量取 5.4 中各种标准品,用超纯水配制成 100 mg/L 的储备液,于 4 °C 冰箱中避光保存。

5.6 吸收液的制备:氟离子(F^-)、氯离子(Cl^-)、溴离子(Br^-)吸收液为氢氧化钾溶液,浓度为 20 mmol/L;

碘离子(I^-)吸收液为 $w=1\%$ 的维生素 C 溶液,增强碘离子被还原。

6 分析步骤

6.1 器皿准备

所有玻璃器皿使用前均需用 2 mol/L KOH 和超纯水依次浸泡 4 h,然后用超纯水冲洗 3 次~5 次,干燥后备用。

6.2 样品前处理

称取约 10 g 待测样品,剪成 3 mm×3 mm 以下碎片,混匀。

注:在样品制备过程中,应当避免接触和使用含有卤素的物品,例如:PVC 手套。

6.3 溶液制备

6.3.1 称取 0.2 g~0.5 g(精确至 0.1 mg)样品至氧弹燃烧仪的燃烧杯中(若有需要可加适量助燃剂),并连接好点火丝。在氧弹燃烧仪内加入约 10 mL 吸收液,充氧器充氧,经 2 次~3 次排气排去氧弹燃烧仪内的空气,最后充氧至约 3 MPa,将充好氧气的氧弹燃烧仪放入冷却水槽,点火控制器点火,期间经多次摇晃,30 min 后将试样溶液转移至 50 mL 容量瓶,用吸收液多次冲洗氧弹燃烧仪内壁,合并转移至 50 mL 容量瓶中,用超纯水定容至刻度,脱气 15 min,用 10 mL 注射器经 0.22 μ m 微孔滤膜过滤至 5 mL 进样瓶中,供离子色谱仪检测。

6.3.2 同时制备空白溶液。

6.4 测定

6.4.1 离子色谱条件

离子色谱条件如下:

- a) 色谱柱:氢氧化物选择,可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱;
- b) 抑制器:连续自动再生膜阴离子抑制器或等效抑制装置;
- c) 检测器:电导检测器;
- d) 淋洗液:氢氧化钾溶液,浓度为 20 mmol/L;流速 1.0 mL/min。

6.4.2 标准曲线绘制

等量移取氟离子、氯离子、溴离子、碘离子标准储备液,混合后加水稀释,制成 6 种混合标准溶液系列,混合标准溶液中各卤素浓度参见附录 A。以浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

6.4.3 样品测定

分别吸取空白溶液和待测试样溶液 10 μL ，在相同工作条件下，依次注入离子色谱仪中，记录色谱图。根据保留时间定性，根据峰面积与标准曲线定量。

7 计算

试样中卤素含量根据式(1)进行计算。

$$X_i = (C_i \times V) / 1\,000\,m \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X_i ——试样中卤素含量，单位为克每千克(g/kg)， i 分别代表 F、Cl、Br、I；

C_i ——吸收液中卤素的浓度，单位为毫克每升(mg/L)， i 分别代表 F、Cl、Br、I；

V ——试样溶液定容体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

8 测试报告

测试报告应包括下列内容：

- a) 本标准编号；
- b) 样品标识；
- c) 离子色谱仪的条件、氧弹燃烧仪型号规格；
- d) 检测结果；
- e) 检测日期；
- f) 操作人员。

附 录 A
(资料性附录)
混合标准溶液中各卤素浓度

混合标准溶液中各卤素浓度见表 A.1。

表 A.1 混合标准溶液中各卤素浓度

混合标准溶液编号	卤素名称	卤素浓度 mg/L
1#	F ⁻	0.2
	Cl ⁻	5.0
	Br ⁻	0.2
	I ⁻	0.2
2#	F ⁻	0.4
	Cl ⁻	10.0
	Br ⁻	0.4
	I ⁻	0.4
3#	F ⁻	0.8
	Cl ⁻	20.0
	Br ⁻	0.8
	I ⁻	0.8
4#	F ⁻	1.2
	Cl ⁻	30.0
	Br ⁻	1.2
	I ⁻	1.2
5#	F ⁻	1.6
	Cl ⁻	40.0
	Br ⁻	1.6
	I ⁻	1.6
6#	F ⁻	2.0
	Cl ⁻	50.0
	Br ⁻	2.0
	I ⁻	2.0