ICS 13.060.50
CCS D51

T/QAS

青 海 省 标 准 化 协 会 团 体 标 准

T/QAS 032—

卤水 氯的测定 电位滴定法

2021－ －发布 2021－ －实施

青海省标准化协会 发 布

前　　言

本文件依据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》规定起草。

本文件由青海省柴达木综合地质矿产勘查院提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：青海省柴达木综合地质矿产勘查院、青海省地质矿产测试应用中心、青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本文件主要起草人：武丽平、袁红战、祝云军、郭敏、薛超群、马成冰、王培艳、肖玉萍、李海明、陈琪。

卤水 氯的测定 电位滴定法

警示：使用本文件的人员应经培训后方能使用。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者应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

本文件规定了卤水中氯的测定方法。

本文件适用于卤水中氯的测定；方法检出限：1.046 mg/L，测定范围：3.138mg/L ～400000 mg/L。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

电位滴定法测定氯化物，是以银电极为检测电极，用硝酸银标准溶液滴定，用毫伏计测定两电极之间的电位变化。在加入硝酸银的过程中，指示电极的电位也发生相应变化，在化学计量点附近发生突变，由此确定滴定终点，计算氯离子含量。

5 干扰及消除

天然卤水及盐水矿化度很高，从几十到三四百克每升，主离子钾、钠、镁、钙、硫酸根都很高，样品可通过适当稀释来消除因矿化度过高而产生的影响，溴化物、碘化物能与银离子形成溶解度很小的化合物，干扰测定，并以相当氯化物的质量计入结果，可以从测得的总氯根量里扣除 Br^-,I^-含量。重金属、钾、钠、钙、镁、硫酸根等均不干扰测定。

6 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

6.1　氯化钠标准溶液（0.050mol/L）：称基准氯化钠 （经 140℃干燥过）2.9221g 于烧杯中，加水溶解，转入 1000mL 容量瓶中定容；

6.2　硝酸银标准溶液（0.050mol/L）：称硝酸银 8.4935 g 于烧杯中，加水溶解，转入 1000mL 棕色磨口瓶中定容。

7　仪器设备

7.1　自动电位滴定仪：银检测电极。

7.2　加液单元 1 个（20mL 或 50mL）。

8　试样

试样保存在蜡封的聚四氟乙烯瓶中。

9　分析步骤

9.1　硝酸银溶液的标定

移取 10mL 的氯化钠标准溶液（6.1）四份于 150mL 的烧杯中，加水至 90mL，放入样品盘中，用硝酸银标准液（6.2）进行单位滴定至终点。同时做空白实验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

按公式(1)计算硝酸银标准溶液的浓度：

$$C\left(AgNO_3\right)=\frac{C\left(NaCl\right)\times V}{\left(\left(V_1-V_0\right)\right)} \quad \text{.....(1)}$$

式中：

C（$AgNO_3$）—硝酸银标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol /L）；

C(NaCl)—氯化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol /L）；

V—所取氯化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1—滴定氯化钠标准溶液时消耗硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0—滴定空白溶液时消耗硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升（mL）。

结果数值修约按照GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》进行。

9.2　样品的测定

取经过适当稀释后的卤水样品 10mL 于 150mL 的烧杯中，加水至 90mL，用硝酸银标准液进行电位滴定至终点，同时做空白实验。

10　数据处理

根据样品滴定体积，按公式（2）计算样品中氯的浓度。

$$\rho = \frac{C \times (V_1 - V_0) \times 35.453}{V} \times N \quad .....(2)$$

式中：

ρ —样品中氯的浓度，单位为克每升（g/L）；

C—硝酸银标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1—滴定样品消耗的硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升mL；

V_0—滴定空白消耗的硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升mL；

V—所取样品体积，mL；

35.453—氯的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

N—样品稀释倍数。

结果数值修约按照GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》进行。

11 质量控制

11.1 准确度控制

同类型试样，每一批次试样数在10个以下时，取至少一个加标回收试样，10个以上试样时，加标回收试样数比例10%。试样中待测组分的加标回收率控制在90%～110%，超出此范围判定为不合格。加标回收率按公式（3）计算：

$$P = \frac{X_1 - X_0}{X} \times 100\% \quad ..... (3)$$

式中：

P—回收率，%；

X_1—加标试样测定值，mg/L；

X_0—试样测定值，mg/L；

X—加标量，mg/L。

11.2 精密度控制

每一批试样随机抽取10%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样，取至少一个检查分析样。重复分析相对偏差允许限依据公式（4）计算：

$$Y = 11CX^{-0.28} \quad ..... (4)$$

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

C—重复分析相对偏差允许限系数，参照DZ/T 0130取C=1.5；

X—各组分分析结果的浓度值，mg/L；

重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断，小于等于重复分析相对偏差允许限时，为合格；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

11.3 空白试验

应随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取同一批试剂，加入同等的量。

12 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。