ICS 71.040.30
CCS G60

DB 21

# 辽 宁 省 地 方 标 准

DB 21/T XXXX—2021

# 化学试剂中氯化物的测定 浊度计法

The manual for the determination of chloride in chemical reagent by turbidity meter

（报批稿）

（本草案完成时间：2021.11.11）

**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。**

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

辽宁省市场监督管理局　　发 布

# 目　　次

前　　言 ..... II
1 范围 ..... 1
2 规范性引用文件 ..... 1
3 术语和定义 ..... 1
4 方法原理 ..... 1
5 试剂和材料 ..... 1
5.1 一般规定 ..... 1
5.2 无二氧化碳水 ..... 2
5.3 硼酸溶液，40 g/L ..... 2
5.4 硝酸溶液，25 % ..... 2
5.5 硝酸溶液，50 % ..... 2
5.6 碳酸钠溶液，50 g/L ..... 2
5.7 硝酸银溶液，17 g/L ..... 2
5.8 氯化物标准溶液 ..... 2
6 仪器设备 ..... 2
6.1 常规器皿 ..... 2
6.2 分析天平 ..... 2
6.3 水浴锅 ..... 2
6.4 浊度计 ..... 2
7 测定 ..... 3
7.1 样品前处理 ..... 3
7.2 标准曲线的绘制 ..... 4
7.3 样品测定 ..... 4
8 结果计算 ..... 4
9 说明 ..... 5

# 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。

本文件由辽宁省市场监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：辽宁省检验检测认证中心。

本文件主要起草人：曹轶男、任克京、刘婷芳、赵小兵、戚作秋、石艳、赵飞、吴凌宇、韩铮、高成凤、李蓉华、陈莹、苏莉、徐广大、王春雨、张晓筱、张亭亭

本文件发布实施后，任何单位和个人如有问题和意见建议，均可以通过来电和来函等方式进行反馈，我们将及时答复并认真处理，根据实际情况依法进行评估及复审。

归口管理单位：辽宁省市场监督管理局，通讯地址：沈阳市皇姑区崇山中路55号，联系电话：024-81203773。

起草单位：辽宁省检验检测认证中心，通讯地址：沈阳市和平区文萃路4-2号，联系电话：024-23848716。

# 化学试剂中氯化物的测定 浊度计法

## 1 范围

本文件规定了氯化物浊度计法测定的方法原理、试剂和材料、仪器设备、测定过程等要求。

本文件适用于化学试剂中微量氯化物的测定，检测范围为0.07 μg/mL～7.4 μg/mL。

## 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试剂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 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

**化学试剂** chemical reagent

在化学试验、化学分析、化学研究及其它试验中使用的各种纯度等级的化合物或单质。

3.2

**氯化物** chloride

在无机化学领域里，是指带负电的氯离子和其它元素带正电的阳离子结合而形成的盐类化合物。

3.3

**浊度计** turbidity meter

用于测量悬浮于水或透明液体中不溶性颗粒物质所产生的光的散射程度，并能定量表征这些悬浮颗粒物质的含量。采用NTU作为浊度计量单位。

## 4 方法原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液浑浊，其浊度与氯化物含量成线性关系，通过浊度计测定溶液浊度值，进行定量。

## 5 试剂和材料

### 5.1 一般规定

本文件除另有规定外，所用标准溶液、制剂及制品，均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。所用溶液以“%”表示的均为质量分数。除作为样品的试剂外，其他所用试剂纯度均为分析纯（含分析纯）及以上。实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

### 5.2 无二氧化碳水

将水注入烧瓶中，煮沸10 min，立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧，冷却。

### 5.3 硼酸溶液，40 g/L

称取4g硼酸，溶于水，稀释至100 mL。

### 5.4 硝酸溶液，25 %

量取 308mL 硝酸，稀释至 1000 mL。

### 5.5 硝酸溶液，50 %

量取 616mL 硝酸，稀释至 1000 mL。

### 5.6 碳酸钠溶液，50 g/L

称取 5.0 g 碳酸钠，溶于水，稀释至 100 mL。

### 5.7 硝酸银溶液，17 g/L

称取 1.7 g 硝酸银，溶于水，稀释至 100 mL。贮存于棕色瓶中。

### 5.8 氯化物标准溶液

#### 5.8.1 标准储备液，1000 μg/mL

准确称取 1.6500 g 于 500 ℃～600 ℃灼烧至恒重的氯化钠，溶于水，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。或使用国家认可的标准溶液。

#### 5.8.2 标准工作溶液，10.0 μg/mL

临用前，将 1000 μg/mL 氯化物标准溶液逐级稀释至 10.0 μg/mL。

## 6 仪器设备

### 6.1 常规器皿

容量瓶、量筒、移液管、烧杯、石英皿、塑料烧杯、锥形瓶等实验室常规器皿。

### 6.2 分析天平

分度值为0.1 mg

### 6.3 水浴锅

温度范围：常温至100℃

### 6.4 浊度计

最小示值 0.01 NTU，配有 400 NTU 福尔马肼浊度标准溶液（用于仪器设备定期校正）。

## 7 测定

### 7.1 样品前处理

#### 7.1.1 化学试剂 氢氟酸

在塑料杯中，加 15.0 mL 硼酸溶液（40 g/L），加 1g（优级纯加 2 g）样品，精确至 0.01 g，用水稀释至 20 mL。

#### 7.1.2 化学试剂 硫酸

量取 15 mL（27 g）样品，精确至 0.01 g,注入 5.0 mL 水中，冷却。

#### 7.1.3 化学试剂 硝酸

量取 143 mL（200 g）样品，精确至 0.01 g，注入石英皿中，加 0.1 g 无水碳酸钠，在水浴上蒸发至干，用热水溶解残渣，稀释至 40 mL 。从上述溶液中取 4 mL，稀释至 20 mL。

#### 7.1.4 化学试剂 氢氧化钠

迅速称取 25 g 样品，精确至 0.01 g，置于锥形瓶中，加 200 mL 无二氧化碳水，立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧，溶解后，冷却，移入 250mL 容量瓶中，稀释并定容。取 5.0 mL 上述溶液，用 25 %硝酸溶液中和，稀释至 20 mL。

#### 7.1.5 化学试剂 氨水

量取 68 mL（60 g）样品，精确至 0.01 g，加 1.0 mL 碳酸钠溶液(50 g/L)，于水浴上蒸干，用水溶解残渣，稀释至 30 mL。取 10.0 mL 上述溶液，稀释至 20 mL。

#### 7.1.6 化学试剂 高锰酸钾

称取 1 g 样品，精确至 0.01 g，加 20 mL 水，2.0 mL 硝酸，加热溶解，冷却，滴加 2.0 mL“30 % 过氧化氢”至溶液无色，稀释至 40 mL。取 20.0 mL 上述溶液供测定。

#### 7.1.7 化学试剂 乙酸

量取 9.5 mL(10 g)样品，精确至 0.01 g，加 0.1 mL 碳酸钠溶液（50 g/L），水浴蒸干，残渣溶于水，稀释至 20 mL。

#### 7.1.8 化学试剂 三氯甲烷

量取 6.8 mL（10 g）样品，精确至 0.01 g，置于分液漏斗中，加 20 mL 水，振摇 1 min ，静置分层，取水相于比色管中，用水稀释至 20 mL。

#### 7.1.9 化学试剂 甲醛

量取 9.3 mL（10 g）样品，精确至 0.01 g，用水稀释至 20 mL。

#### 7.1.10 化学试剂 丙三醇

量取 50 mL（62.5 g）样品，精确至 0.01 g，溶于水，稀释至 100 mL。取 8.0 mL 上述溶液，用水

稀释至 20 mL。

7.1.11 化学试剂 脲

称取 2 g 样品，精确至 0.01 g，溶于 20 mL 水中。

7.1.12 化学试剂 碘化钾

称取 1 g 样品，精确至 0.01 g，溶于 100 mL 水中，加 1.0 mL“30 %过氧化氢”、1.0 mL 磷酸，煮沸至溶液无色，冷却，加 0.5 mL“30%过氧化氢”，加热至过氧化氢分解完全，冷却，稀释至 100 mL。取上述溶液 10.0 mL，用水稀释至 20 mL。

7.1.13 化学试剂 磷酸

称取 5 g 样品，精确至 0.01 g，稀释至 20 mL。

7.1.14 化学试剂 氢氧化钾

迅速称取 10 g 样品，精确至 0.01 g，置于锥形瓶中，加 200 mL 无二氧化碳的水，立即用带有钠石灰的胶塞塞紧，溶解后，冷却，移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度。量取 5.0 mL 上述溶液，用 25 %硝酸溶液中和，稀释至 20 mL。

7.1.15 化学试剂 30%过氧化氢

量取 18.0 mL（20 g）样品，精确至 0.01 g，用水稀释至 20 mL。

7.1.16 化学试剂 硝酸银

称取 2 g 样品，精确至 0.01 g 溶于 20 mL 水中。

7.1.17 化学试剂 铬酸钾

称取 1 g 样品，精确至 0.01 g 溶于 20 mL 水中（必要时过滤）。

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 分别取 0.00、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00、10.0、18.5 mL 的 10.0 μg/mL 氯化物标准溶液于 8 支 25 mL 具塞比色管中，用水稀释至 20mL。

7.2.2 加 1.0 mL 硝酸溶液(50 %)，1.0 mL 硝酸银溶液(17 g/L)，用水稀释至 25 mL，摇匀，即得浓度为 0.00、0.08、0.20、0.40、0.80、2.00、4.00、7.40 μg/mL 的氯化物标准系列溶液。

7.2.3 于暗处放置 20 min 后，用浊度计进行测定。

7.2.4 以氯化物浓度（μg/mL）为横坐标，以所测定浊度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.3 样品测定

取制备好的样品溶液，向其中加 1.0 mL 硝酸溶液(50 %)，1.0 mL 硝酸银溶液(17 g/L)，用水稀释至 25 mL，摇匀，于暗处放置 20 min 后，用浊度计进行测定。在绘制的标准曲线上，查得对应的氯化物浓度（μg/mL）。

## 8 结果计算

氯化物的质量分数 $w$，数值以“%”表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{25C \times 10^{-6}}{m} \times \mathrm{f} \times 100\% \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(1)$$

式中：C—样品溶液中氯化物浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

25—样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m—所取样品的质量，单位为克（g）；

f—样品溶液的稀释倍数；

## 9 说明

9.1 被测溶液应沿试样瓶壁小心倒入，防止产生气泡，影响测量结果准确性。

9.2 本法的检出限为0.02 μg/mL，定量下限为0.07μg/mL，精密度为0.9%～2.4%，回收率为95.6%～97.9 %。

9.3 样品前处理时，要注意强酸、强碱、易挥发物质对人体造成的危害。

9.4 实验过程产生的废液要集中统一处理，不可随意排放。