

HIRANUMA APPLICATION DATA	滴定数据 COM 系列	数据No.	Z1	24/8/20
其他	无机化工产品中氯化物含量测定 的通用方法 电位滴定法			

1. 测定概述

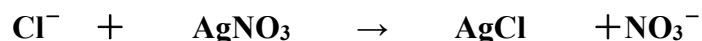
本章将介绍 GB/T3050-2000 中规定的氯离子测定方法。

本 GB/T 介绍了使用硝酸银标准品通过电位滴定法测定 1~1500 mg/L 氯离子的方法。特别是在硝酸银标准溶液浓度低于 0.02 mol/L 的情况下，可采用以下方法。

(i) 使用乙醇作为溶剂

(ii) 使用银-硫化银电极。

本数据表提供了使用 0.001~0.1 mol/L 的硝酸银标准溶液测定 1~1000 mg/L 氯离子溶液的示例。



2. 设备组成和试剂

(1) 设备组成

本体 : 自动滴定装置 COM 系列
 电极 : 银电极 AG-312
 参比电极 RE-241

(2) 试剂

滴定液 : 0.001、0.005、0.01、0.1mol/L 硝酸银标准液
 添加剂 : 乙醇 (95)
 模拟样本: 1、10、100、250、1000mg/L 氯离子溶液
 (由氯化钾制备)

3. 测定步骤

(1) 制作银-硫化银电极。(0.001 ~ 0.01mol/L 用于测定硝酸银标准溶液)

- 按照 GB/T 3050 附录 A 中的步骤使用砂纸对银电极 (AG-312) 的银指示部分进行抛光，然后用蘸有乙醇的脱脂棉擦拭后晾干。
- 将电极浸入按相同比例混合的 0.2 mol/L 氯化钠溶液和 0.2 mol/L 硫化钠溶液中 (液体温度约为 25°C) 30 分钟。
- 用自来水冲洗约 10 分钟，再用纯净水清洗。

(2) 样品测定程序

- (i) GB/T 3050 附录 B 表 B1 列出了样品的氯离子浓度、推荐的硝酸银标准溶液浓度和使用的电极（见下表）。在使用 0.01 mol/L 或更低浓度的硝酸银标准溶液进行测定时，应加入乙醇，使乙醇与样品的体积比为 3:1，且液体总体积不超过 40 mL。（即每 10 mL 样品加入 30 mL 乙醇）。另一方面，如果硝酸银的浓度为 0.1 mol/L，则测定时不使用乙醇（收集 40 mL 样品）。
- (ii) 根据 (i) 在 100 mL 烧杯中制备 1-1000 mg/L 氯离子溶液样品。
- (iii) 将电极浸入硝酸银标准溶液中并进行滴定。

GB/T 3050 附录 B 表 B1.

氯离子 浓度(mg/L)	硝酸银标准液 浓度(mol/L)	使用的电极	样品量 (mL)	乙醇 加入量(mL)
1~10	0.001	Ag · Ag ₂ S	10	30
10~100	0.005	Ag · Ag ₂ S	10	30
100~250	0.01	Ag · Ag ₂ S	10	30
250~1000	0.1	Ag	40	0

4. 测定条件和结果示例

滴定条件例

条件 No.	1	计算式 No.	1	模式 No.	5
方式	突跃点检测	S:样品量	10 mL	平衡等待时间	0 秒
分注仪 No.	1	B:空白值 mL	0 mL	滴定系数	5
测定单元 No.	2	M:滴定剂浓度※	0.001 mol/L	滴定灵敏度	0 mV
显示单位	mV	F:浓度校正因数	1.001	等待时间	3 秒
开始时间	5 秒	K:系数 1	35.45	等待灵敏度	3 mV
连续滴加 mL	0 mL	L:系数 2	0	滴加速度	2
反应时间	0 秒	结果单位	mg/L	最小滴定体积	40
检测开始 mL	0.1 mL	计算公式	(D-B)*K*F*M*1000/S		
检测灵敏度	100	小数点以下位数	3		
过量滴加 mL	0.2 mL	自动输入目的地设定	无		
最大滴定量 mL	20 mL				

※ 相应改变滴定剂浓度。

测定结果

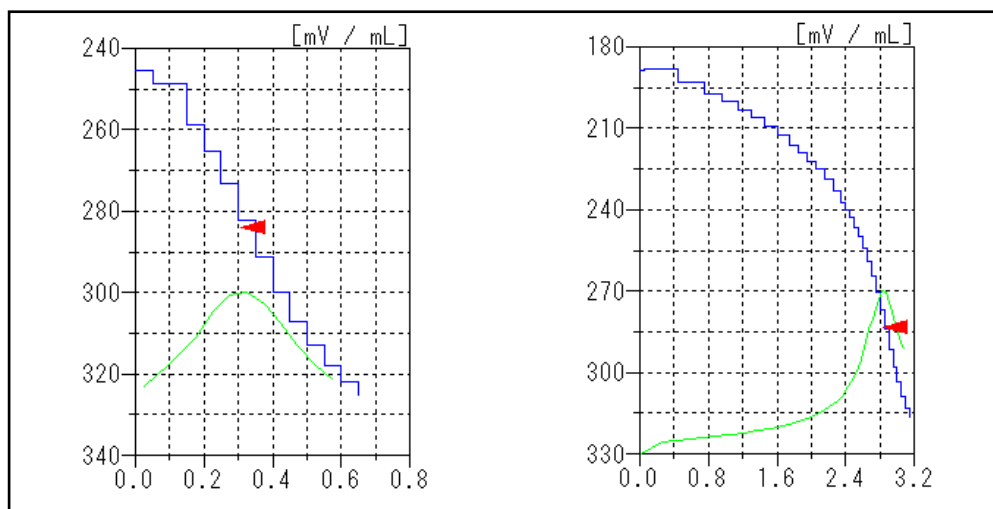
用银-硫化银电极测定 1 ~ 250 mg/L 的氯离子。

氯离子浓度 理论值(mg/L)	硝酸银标准液 浓度(mol/L)	样品量 (mL)	测定次数	滴定值 (mL)	浓度 (mg/L)	统计计算	
1	0.001	10	1	0.310	1.100	平均值	1.10 mg/L
			2	0.308	1.093	标准偏差	0.004 mg/L
			3	0.310	1.100	相对标准偏差	0.37 %
10	0.001	10	1	2.852	10.120	平均值	10.10 mg/L
			2	2.843	10.089	标准偏差	0.016 mg/L
			3	2.845	10.096	相对标准偏差	0.16 %
10	0.005	10	1	0.574	10.184	平均值	10.17 mg/L
			2	0.573	10.167	标准偏差	0.018 mg/L
			3	0.572	10.149	相对标准偏差	0.17 %
100	0.005	10	1	5.677	100.725	平均值	100.7 mg/L
			2	5.671	100.619	标准偏差	0.061 mg/L
			3	5.677	100.725	相对标准偏差	0.06 %
100	0.01	10	1	2.823	100.275	平均值	100.3 mg/L
			2	2.825	100.347	标准偏差	0.072 mg/L
			3	2.821	100.204	相对标准偏差	0.07 %
250	0.01	10	1	7.082	251.559	平均值	251.7 mg/L
			2	7.087	251.737	标准偏差	0.178 mg/L
			3	7.092	251.914	相对标准偏差	0.07 %

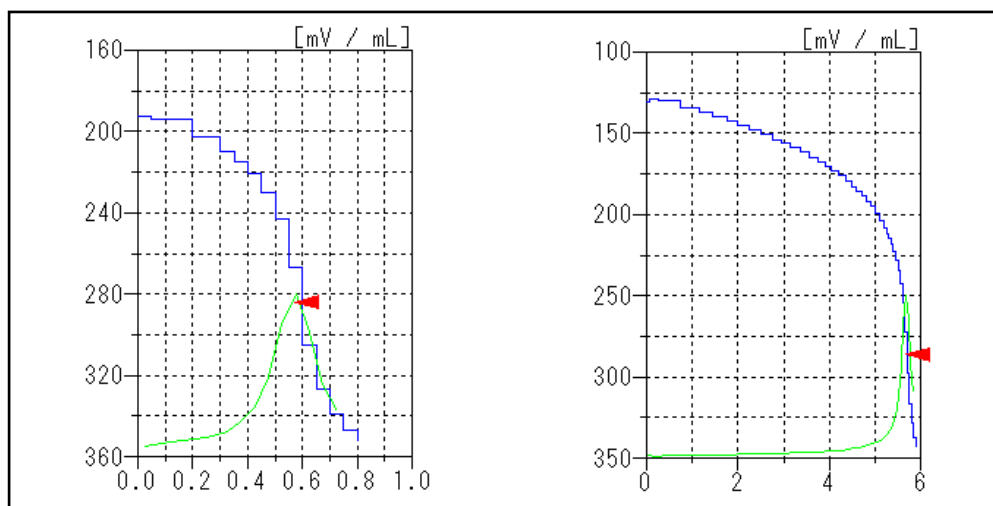
用银电极测定 250 ~ 1000 mg/L 的氯离子。

氯离子浓度 理论值(mg/L)	硝酸银标准液 浓度(mol/L)	样品量 (mL)	测定次数	滴定值 (mL)	浓度 (mg/L)	统计计算	
250	0.1	40	1	2.822	250.350	平均值	250.5 mg/L
			2	2.824	250.527	标准偏差	0.102 mg/L
			3	2.824	250.527	相对标准偏差	0.04 %
1000	0.1	40	1	11.283	1000.960	平均值	1000.9 mg/L
			2	11.280	1000.690	标准偏差	0.156 mg/L
			3	11.283	1000.960	相对标准偏差	0.02 %

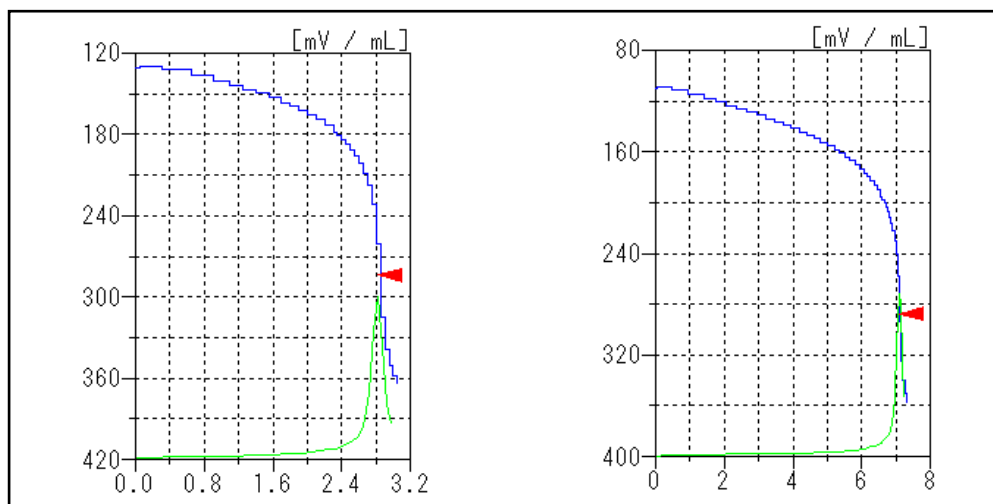
滴定曲线例



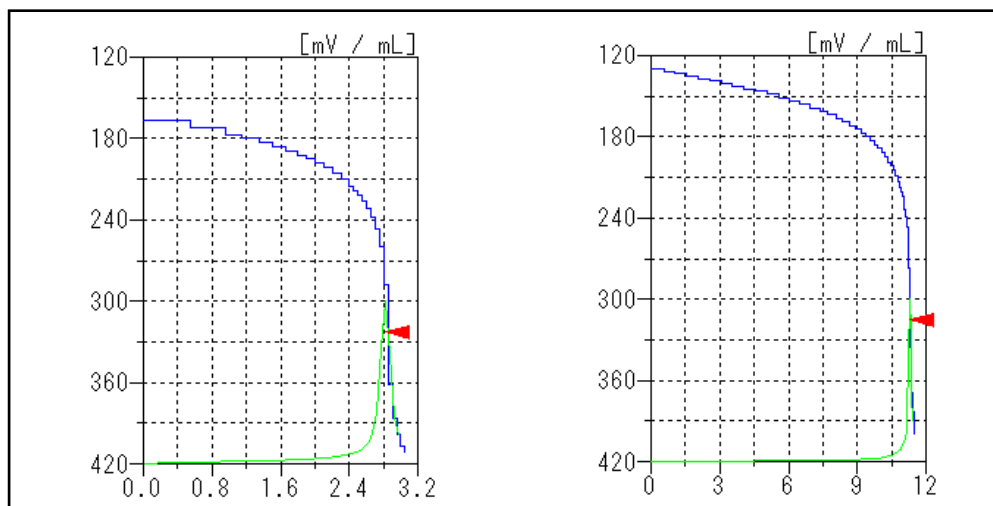
0.001 mol/L 硝酸银标准液滴定曲线示例（左：1mg/L、右：10mg/L）



0.005mol/L 硝酸银标准液滴定曲线示例（左：10mg/L、右：100mg/L）



0.01mol/L 硝酸银标准液滴定曲线示例（左：100mg/L、右：250mg/L）



0.1mol/L 硝酸银标准液滴定曲线示例（左：250mg/L、右：1000mg/L）

5. 摘要

通过电位滴定法测定 1 ~ 1000 mg/L 氯离子。

使用银-硫化银电极和添加乙醇等有机溶剂可使终点的电位变化更加明显，拐点也更容易检测到。

此外，虽然本实验是在仅含氯离子的模拟样品中进行的，但可以想象，真实样品中可能含有各种共存物质。相关的 GB/T 说明了可能干扰测定的成分以及如何处理这些成分，因此如果含有共存物质，应在进行测定前进行规定的预处理。

关键词：氯离子 沉淀滴定 电位滴定 GB/T3050-2000