

ICS 65.080
CCS G20

T/QAS

青海省标准化协会标准

T/QAS 014—2020

肥料中氯离子含量的测定 电位滴定法

2020 - 10 - 21 发布

2020 - 10 - 26 实施

青海省标准化协会

发布

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》给出的规定起草。

本文件由青海省标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：青海省盐化工产品质量监督检验中心、青海省产品质量监督检验所、青海盐湖工业股份有限公司、格尔木万年颗粒钾肥有限公司。

本文件主要起草人：王兴权、程金莲、刘宏、常立娟、屈小荣、许显宁、马占梅、武亮亮、马占雄、王茹、奎满福、马文霞。

肥料中氯离子含量的测定 电位滴定法

1 范围

本文件规定了电位滴定法测定肥料中氯离子的原理、试剂、仪器和设备、取样、样品制备、试验步骤、试验数据处理和精密度。

本文件适用于肥料中氯离子含量的测定，方法检出限为0.03%。

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；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 601 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

肥料样品用水煮沸、溶解、冷却、定容、离心分离后，取上清液用电位滴定法测定硝酸银消耗量，计算氯离子含量。

5 试剂

本法所使用试剂均为分析纯，所用水为GB/T 6682中规定的一级水。

5.1 硝酸银滴定储备液（0.1mol/L）：按GB/T 601 配制及标定。

5.2 硝酸银滴定液（0.02mol/L）：用硝酸银滴定储备液（0.1mol/L）稀释5倍所得。

6 仪器和设备

6.1 电位滴定仪：银离子检测电极。

6.2 离心机：转速不小于6000r/min。

6.3 实验室用样品粉碎机。

6.4 电子天平：感量±0.0001g。

7 取样

代表性样品的取样按GB/T 6679标准中规定内容执行。

8 样品制备

取具有代表性样品200 g，用四分法将试样缩分至100 g，测试前，用样品粉碎机粉碎，过100目筛后，置于样品袋中备用。

9 试验步骤

9.1 试样提取

称取1g~5g（精确到0.0001g）（称样量范围见表1）粉碎的试样于250 mL烧杯中，加水100 mL，用玻璃棒搅匀，盖上表面皿，电炉加热煮沸5 min，取下冷却后转移至250mL容量瓶中定容，摇匀后，量取约50 mL样品溶液于离心管中，在6000 r/min转速下离心3 min，精确移取25 mL上清液于滴定杯中，加适量超纯水浸没电极待测。

表 1 称样量范围

氯离子含量 (ω) /%	$\omega < 5$	$5 \leq \omega \leq 9$	$\omega > 9$
称样量/g	5	3	1

9.2 测定

使用电位滴定仪用硝酸银滴定液测定待测液，记录体积V（mL）。

10 试验数据处理

试样中氯离子含量的质量分数 ω ，单位以%表示，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{c \times V \times 35.453 \times 10^{-3}}{m \times 25 / 250} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω —试样中氯离子的含量，单位（%）；
- c —硝酸银浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V —样品消耗硝酸银体积，单位为毫升（mL）；
- m —试样的质量，单位为克（g）；
- 35.453—为氯离子摩尔质量，单位摩尔每克（mol/g）；
- 计算结果按GB/T 8170进行修约，保留小数点后两位。

11 精密度

在重复性条件下，同一实验室获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.20%，不同实验室获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.30%。

全国团体标准信息平台