

T/QAS

青海省标准化协会团体标准

T/QAS XXX—XXXX

工业废水 氯离子的测定 电位滴定法

2022—XX—XX 发布

2022—XX—XX 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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由海西中科生态环境监测有限公司提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件主要起草单位：海西中科生态环境监测有限公司、青海博创环保科技有限公司、大柴旦吉利化工有限公司、青海省专利服务中心有限公司、青海柴达木职业技术学院、青海民族大学、海西州盐化工产品质量检验检测中心、青海盐湖股份有限公司。

本文件主要起草人：李 洋、马文轩、董利刚、马军福、陈文君、白 煜、许显宁、马占梅、孙秀华、俞青芬、韩金花、马玉婷。

工业废水 氯离子的测定 电位滴定法

1 范围

本文件规定了工业废水中氯离子的测定原理、试剂和材料、仪器及条件、试样方法和允许差。

本文件适用于环境检测中氯离子的测定，氯离子的最小检出度 10mg/l, 检测范围为 10mg/l-100%。

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

GB/T 31190 实验室废弃化学品收集技术规范

HG/T 2843 化肥产品化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 工作原理

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，电位变化最大时仪器的读数即为滴定终点。

5 试剂和材料

5.1 本文件中所用试剂均为分析纯，所用水为 GB/T 6682 中一级水规格。所用溶液在没有标明配制方法时，均按 HG/T 2843 规定配制。

5.2 氢氧化钠溶液， $C(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.3 过氧化氢 (H_2O_2) =30%。

5.4 氯化钠标准溶液， $C(\text{NaCl})=0.050 \text{ mol/L}$ ，称基准氯化钠（经 $500^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$ 灼烧 40 min~50 min）2.9221g 于烧杯中，加纯水溶解，转入 1000 mL 容量瓶中定容，贮于棕色磨口瓶中。用吸管吸取 10.0 mL，在容量瓶中准确稀释至 100 mL。

5.5 硝酸银标准溶液， $C(\text{AgNO}_3)=0.050 \text{ mol/L}$ ：称硝酸银（经 105°C 干燥半小时）8.4935 g 于烧杯中，加纯水溶解，转入 1000 mL 容量瓶定容，贮于棕色磨口瓶中。如呈现浑浊待静置过夜后，虹吸上层，并过滤后备用。

6 仪器设备

- 6.1 电位滴定仪。
- 6.2 磁力搅拌器或全自动电位滴定仪。
- 6.3 电子天平：感量 $\pm 0.0001\text{g}$ 。

7 样品制备

- 7.1 采集代表性水样，置于干净且化学性质稳定的玻璃瓶或聚氯乙烯瓶内，保存时不必加入特别的防腐剂。
- 7.2 如水样中含有硫化物、亚硫酸盐或硫代硫酸盐，则加氢氧化钠溶液（5.1）将水样调至中性或调至碱性，加入30%过氧化氢（5.2）1 mL，摇匀，1 min后加热至70℃~80℃，以除去过量的过氧化氢。

8 分析步骤

8.1 硝酸银溶液的标定

8.1.1 用氯化钠标准溶液（5.3）标定其浓度：

用吸管准确吸取25.00 mL氯化钠标准溶液（5.3）于100 mL烧杯中，加蒸馏水25 mL。另取一烧杯，量取蒸馏水50 mL作空白。调出电位滴定仪标定方法，点击开始进行标定。

8.1.2 硝酸银标准滴定溶液的浓度 $[C_{(\text{AgNO}_3)}]$ ，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按下式计算：

$$C_{(\text{AgNO}_3)} = \frac{0.0141 \times 25}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

C —— 硝酸银标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol /L）；

V_0 —— 蒸馏水消耗硝酸银标准溶液量，mL；

V_1 —— 试样消耗的硝酸银溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

9 样品测定

用移液管准确移取50 mL水样或经过预处理的水样（若氯化物含量高，可取适量水样用蒸馏水稀释至50 mL），置于100 mL的烧杯中，加水至80 mL，用硝酸银标准滴定溶液滴定，按标定硝酸银标准溶液的方法进行电位滴定，同时做空白实验。

10 结果计算

10.1 氯离子的计算

试样中氯离子的含量（mg/L）按公式（2）计算，数值以%表示。

$$C_{(\text{AgNO}_3)} = \frac{(V_2 - V_0) \times C \times 35.453 \times 1000}{V} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- $C_{(\text{Cl})}$ ——样品中氯离子的含量，（mg/L）；
 C ——硝酸银标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol /L）；
 V_2 ——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 ——试样的体积，单位为毫升（mL）；
 35.453——氯的摩尔质量，g/mol；氯的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

10.2 数值修约

结果数值修约按照GB/T 8170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：

$$p = \frac{X_1 \times X_0}{X} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

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。

12 允许差

- 12.1 取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果测定，平行测定结果的绝对差值不大于0.5mg/L。
 12.2 重复性：实验室内相对标准偏差0.27%。
 12.3 再现性：实验室间相对标准偏差1.2%。

13 废物处理

实验过程中产生的废物和废液按照GB/T 31190执行。
