ICS 71.060.50
X 35

中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.5—2012
代替 GB/T 13025.5—1991

制盐工业通用试验方法
氯离子的测定

General test method in salt industry—
Determination of chloride ion

2012-06-29 发布　　2012-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

本部分为制盐工业通用试验方法系列标准之一，该系列标准目前分为以下13部分，必要时，其他试验方法标准将在后续工作中补充制定。

——GB/T 13025.1　制盐工业通用试验方法　粒度的测定；

——GB/T 13025.2　制盐工业通用试验方法　白度的测定；

——GB/T 13025.3　制盐工业通用试验方法　水分的测定；

——GB/T 13025.4　制盐工业通用试验方法　水不溶物的测定；

——GB/T 13025.5　制盐工业通用试验方法　氯离子的测定；

——GB/T 13025.6　制盐工业通用试验方法　钙和镁的测定；

——GB/T 13025.7　制盐工业通用试验方法　碘的测定；

——GB/T 13025.8　制盐工业通用试验方法　硫酸根的测定；

——GB/T 13025.9　制盐工业通用试验方法　铅的测定；

——GB/T 13025.10　制盐工业通用试验方法　亚铁氰根的测定；

——GB/T 13025.11　制盐工业通用试验方法　氟的测定；

——GB/T 13025.12　制盐工业通用试验方法　钡的测定；

——GB/T 13025.13　制盐工业通用试验方法　砷的测定。

本部分为GB/T 13025的第5部分。

本部分依据GB/T 1.1—2009的规则编制。

本部分代替GB/T 13025.5—1991，本标准与GB/T 13025.5—1991《制盐工业通用试验方法　氯离子的测定》相比除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——取消了汞量法；

——电位滴定法修改为自动电位滴定法。

本部分由中国轻工业联合会提出，全国盐业标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：全国海湖盐标准化中心。

本部分主要起草人：佟云琨、霍俊霏。

本部分历次版本发布情况为：

——GB/T 13025.5—1991。

制盐工业通用试验方法
氯离子的测定

1 范围

GB/T 13025 的本部分规定了盐产品和盐化工产品中氯离子的测定方法。

本部分适用于盐产品和盐化工产品及其原料中氯离子的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 银量法

3.1 原理

样品溶液调至中性，用铬酸钾作指示剂，用硝酸银标准滴定溶液滴定，测定氯离子的含量。

3.2 试剂

3.2.1 试剂规格

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

3.2.2 氯化钠标准溶液

称取 5.844 g 已于 600 ℃灼烧至恒重的氯化钠基准试剂，称准至 0.000 1 g，溶解于水中，转移至 1 000 mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

氯化钠标准溶液的浓度按式(1)计算：

$$c(\mathrm{NaCl}) = \frac{m}{58.44 \times V} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$c(\mathrm{NaCl})$——氯化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——称取氯化钠的质量，单位为克(g)；

58.44 ——氯化钠的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

V ——配制溶液的体积，单位为升(L)。

3.2.3 硝酸银标准滴定溶液

配制：称取 85 g 硝酸银，溶于 5 L 水中，混合均匀后贮于棕色瓶中备用(如有混浊应过滤)。

标定：吸取 20.00 mL 氯化钠标准溶液(3.2.2)，置于 150 mL 烧杯中，按 3.4.2 的测定步骤进行滴定，同时做空白试验。

硝酸银标准滴定溶液的浓度按式(2)计算：

$$c(AgNO_3)=\frac{c(NaCl)\times V_1}{(V_2-V_0)} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：

$c(AgNO_3)$——硝酸银标准滴定溶液的浓度，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_1——吸取氯化钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——硝酸银标准滴定溶液的用量，单位为毫升(mL)；

V_0——空白试验硝酸银标准滴定溶液的用量，单位为毫升(mL)。

3.2.4 铬酸钾指示剂

称取 10 g 铬酸钾溶于 100 mL 水中，搅拌下滴加硝酸银溶液至出现红棕色沉淀，过滤。

3.3 仪器

一般实验室仪器。

3.4 分析步骤

3.4.1 配样

称取 25 g 粉碎至 2 mm 以下的试样(氯化镁样品不必粉碎)，称准至 0.001 g，置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 的水。加热近沸至试样全部溶解，冷却后移入 500 mL 容量瓶，加水稀释至刻度，摇匀，必要时过滤。当试样中待测离子含量过高时可适当稀释后再测定。

3.4.2 测定

吸取一定体积(含氯离子 85 mg 以下)的试样溶液(3.4.1)于 150 mL 烧杯中，加入 4 滴铬酸钾指示剂，搅拌下用硝酸银标准滴定溶液滴定，直至悬浊液中出现稳定的桔红色为终点，同时做空白试验。在测定氯离子含量较高的样品时，应对玻璃量器和环境温度变化对结果的影响进行校正。

3.5 结果计算

试样中氯离子含量以质量分数 ω 计，数值以百分数(%)表示，按式(3)计算：

$$\omega=\frac{(V_1-V_0)\times c(AgNO_3)\times 35.453}{m\times 1\,000}\times 100\% \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

V_1——硝酸银标准滴定溶液的用量，单位为毫升(mL)；

V_0——空白试验硝酸银标准溶液的用量，单位为毫升(mL)；

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

35.453——氯离子的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

m——所取试样质量，单位为克(g)；

1 000——单位换算系数。

3.6 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 1 的规定。

表 1

氯离子含量/%	结果的绝对差值/%
34.00～47.00	0.10
>47.00	0.13

4 自动电位滴定法

4.1 原理

样品溶液调至中性，用硝酸银标准滴定溶液滴定，通过离子选择性电极的电位突变指示终点。

4.2 仪器

4.2.1 自动电位滴定仪：配备银离子选择性电极和 20 mL 以上滴定管，能控制 0.01 mL 标准滴定溶液。

4.2.2 一般实验室仪器。

4.3 分析步骤

吸取一定体积（含氯离子 85 mg 以下）的试样溶液（3.4.1）于 150 mL 烧杯中，启动自动电位滴定仪用硝酸银标准滴定溶液（3.2.3）滴定，滴定停止后，记录消耗硝酸银标准滴定溶液的体积。在测定氯离子含量较高的样品时，应对玻璃量器和环境温度变化对结果的影响进行校正。

4.4 结果计算

试样中氯离子含量以质量分数 ω 计，数值以百分数（%）表示，按式（4）计算：

$$\omega = \frac{V \times c(AgNO_3) \times 35.453}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

V ——硝酸银标准滴定溶液的用量，单位为毫升（mL）；

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

35.453 ——氯离子的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——所取试样质量，单位为克（g）；

1 000 ——单位换算系数。

4.5 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 2 的规定。

表 2

氯离子含量/%	结果的绝对差值/%
34.00～47.00	0.10
>47.00	0.13