

中华人民共和国国家标准

工业用碳酸氢铵 氯化物
含量的测定 电位滴定法

UDC 661.523
:543.06

GB 6276.2-86

Ammonium hydrogen carbonate for industrial use —
Determination of chloride content —
Potentiometric method

本标准适用于工业碳酸氢铵中氯化物含量的测定。

1 原理

在酸性的丙酮（或乙醇）-水溶液中，以银离子、氯离子选择电极或银-硫化银电极为测量电极，甘汞电极为参比电极，用硝酸银标准溶液滴定，借助于电位突跃确定其反应终点。

2 仪器设备

2.1 一般实验室仪器设备

2.2 电位滴定装置

2.2.1 电位计：精度为2mV/格，量程为-500~+500mV；

2.2.2 参比电极：双液接型甘汞电极，内充饱和氯化钾溶液，滴定时外套管内盛饱和硝酸钾溶液（3.5），和甘汞电极相连接；

2.2.3 测量电极：银离子选择电极、氯离子选择电极或具有硫化银涂层的银电极（制备方法见附录A）；

2.3 微量滴定管：分度值0.02或0.01ml。

3 试剂和溶液

3.1 丙酮（GB 686-78）：分析纯；

3.2 95%乙醇（GB 679-80）：分析纯；

3.3 30%过氧化氢（HG 3-1082-77）：分析纯，3%溶液；

3.4 硝酸（GB 626-78）：分析纯，6N溶液；

3.5 硝酸钾（GB 647-77）：分析纯，室温下饱和溶液；

3.6 溴酚蓝（HG 3-1224-79）：0.1%乙醇溶液；

3.7 无水碳酸钠（GB 639-77）：分析纯，5%溶液；

3.8 氯化钾：基准试剂；

3.8.1 0.1N氯化钾标准溶液：准确称取3.728g预先在130℃下干燥至恒重的氯化钾（3.8），称准至0.001g，置于烧杯中，加水溶解后移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；

3.8.2 0.005N氯化钾标准溶液：移取5ml氯化钾标准溶液（3.8.1），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；

3.9 硝酸银（GB 670-77）：分析纯；

3.9.1 0.1N硝酸银标准溶液：按GB 601-77《化学试剂 标准溶液制备方法》配制；

3.9.2 0.005N硝酸银标准溶液：移取5ml硝酸银标准溶液（3.9.1），置于100ml容量瓶中，用水

国家标准局1986-04-18发布

1987-03-01实施

稀释至刻度，摇匀；

3.9.3 标定：

移取5ml氯化钾标准溶液（3.8.2），置于150ml烧杯中，加水5ml，加1滴溴酚蓝指示液（3.6），滴加硝酸溶液（3.4），使溶液恰呈黄色（约1~2滴）。再加入30ml丙酮（3.1），放入电磁搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，把参比电极（2.2.2）和测量电极（2.2.3）插入溶液中，连接电位计（2.2.1）接线，调整电位计零点，记录起始电位值。

用硝酸银标准溶液（3.9.2）进行滴定，先加入4ml，再每次加入0.1ml，记录每次加入硝酸银标准溶液后的总体积及相对应的电位值 E ，计算出连续增加的电位值 ΔE_1 和 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 ， ΔE_1 的最大值即为滴定终点。终点后再加入0.1ml硝酸银标准溶液，记录一个电位值 E 。记录格式见附录B。

滴定至终点所消耗的硝酸银标准溶液的体积按式（1）计算：

$$V = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B} \quad (1)$$

式中： V_0 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前，加入硝酸银标准溶液的总体积，ml；

V_1 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前，最后一次加入硝酸银标准溶液的体积，ml；

b —— ΔE_2 最后一次正值；

B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值绝对值之和。

3.9.4 硝酸银标准溶液的当量浓度 N 按式（2）进行计算：

$$N = \frac{N_0 \cdot V_2}{V} \quad (2)$$

式中： N_0 ——所取氯化钾标准溶液的当量浓度；

V_2 ——所取氯化钾标准溶液的体积，ml；

V ——滴定时所消耗的硝酸银标准溶液的体积，ml。

4 测定手续

4.1 试样溶液的制备：

称取试样5~10g，称准至0.1g，置于150ml烧杯中，加入30ml水溶解，再加入2滴过氧化氢溶液（3.3）、0.5ml碳酸钠溶液（3.7），用小火加热煮沸，逐尽二氧化碳和氨，并在水浴上蒸发至干，冷却后加水至总体积为10ml，加入1滴溴酚蓝指示液（3.6），滴加硝酸（3.4），使溶液恰呈黄色。

4.2 滴定

在制备好的试液（4.1）中，加入30ml丙酮（3.1），以下操作按硝酸银标准溶液的标定（3.9.3）中加丙酮以后的步骤进行。但第一次不加入4ml硝酸银标准溶液。

当试液中氯离子浓度太低，滴定消耗硝酸银标准溶液的体积小于1ml时，可采用标准加入法测定，在计算结果时应扣除加入的氯化钾标准溶液（3.8.2）所消耗的硝酸银标准溶液的体积。

如用乙醇能得到明显的电位突跃，也可用乙醇代替丙酮。

4.3 空白试验

按上述手续进行空白试验，除不加试样外，操作手续和应用的试剂均与测定时相同。

5 结果的计算

碳酸氢铵中氯化物（Cl）含量（ X ）以质量百分数（%）表示，按式（3）计算：

$$X = \frac{N(V_3 - V_4) \times 0.03545}{m} \times 100 \quad (3)$$

式中： N ——硝酸银标准溶液的当量浓度；

V_3 ——滴定时消耗硝酸银标准溶液的体积，ml；

V_4 ——空白滴定所消耗硝酸银标准溶液的体积, ml;

m ——试样的质量, g;

0.03545——每毫克当量氯的克数。



附录 A
银-硫化银电极的制备方法
(补充件)

用金相砂纸 (M_{14}) 将长为15~20cm、直径为0.5mm的银丝打磨光亮,再用乙醇浸泡的脱脂棉花擦洗干净,晾干,浸没于适量的0.2M氯化钠和0.2M硫化钠的等体积混合溶液中(溶液温度约25℃),浸没深度为3~5cm,浸泡至银丝表面形成黑色硫化银涂层,取出,用蒸馏水洗净,备用。

所制备的电极,用0.005N硝酸银标准溶液进行标定时,终点电位突跃值应在60mV左右。

附录 B
试验记录格式举例
(补充件)

硝酸银标准溶液的体积 ml	电位值 E mV	ΔE_1 mV	ΔE_2 mV
4.80	176	35	+ 37
4.90	211		
5.00	283	72	- 49
5.10	306	23	
5.20	319	13	- 10
5.30	330		

$$V = 4.90 + 0.10 \times \frac{37}{37 + 49} = 4.94$$

注：表中第一、二栏分别记录所加入的硝酸银标准溶液的总体积和对应的电位值 E 。第三栏记录连续增加的电位值 ΔE_1 ，第四栏记录增加的电位值 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 ，此差值有正有负。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化工部上海化工研究院技术归口。

本标准由化工部上海化工研究院、大连化学工业公司负责起草。

本标准主要起草人赵育为、廖博猷。

自本标准实施之日起，原化学工业部标准 HG 1—523—77《碳酸氢铵》作废。