

化学工业标准汇编

1994

无机化工



R

TQ-65

2(94)

化学工业标准汇编

无机化工

1994

中国标准出版社

1994

(京)新登字 023 号

化学工业出版社

工业技术

1994

图书在版编目(CIP)数据

化学工业标准汇编:无机化工 1994/中国标准出版社编.
北京:中国标准出版社,1994
ISBN 7-5066-1054-X

I. 化… II. 中… III. ①化学工业-标准-中国-汇编②
无机化工-标准-中国-汇编 IV. ①TQ-65②TQ11-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(94)第 12632 号

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

开本 787×1092 1/16 印张 69 1/4 字数 2208 千字
1995 年 3 月第 1 版 1995 年 3 月第一次印刷

印数 1—2 000 定价:68.50 元

*

标 目 253—02

出版说明

化学工业是国民经济的基础工业,化工标准化是化学工业高速发展和实现现代化管理的重要手段。为了深入贯彻落实《中华人民共和国标准化法》,加强化学工业标准化工作,提高化工产品质量;为了适应不断发展的社会主义市场经济形势,推动清理整顿后的化工标准的贯彻实施;为了满足化工企业及其他行业对化工标准的迫切需要,我们组织编辑了一套《化学工业标准汇编》。将分册出版发行。

我社曾于1985年先后分册出版过一套《化学工业标准汇编》。近年来,化工标准化事业发展迅速,增加了大量新制订的标准。1990~1993年化工部对现行化工标准进行清理整顿后,化工标准发生了很大的变化——对部分标准提出了修订意见;部分国家标准调整为行业标准;部分强制性标准确定为推荐性标准;部分国家标准被废止。因此,原有的汇编本已不能适应上述情况的变化。

新编的这套《化学工业标准汇编》,汇集了由国家技术监督局和化学工业部批准发布的全部化工现行国家标准、行业标准和专业标准。计划以最快的速度陆续分册出版。其内容包括:化工综合(化工基础标准、通用方法标准、术语标准等),无机化工,有机化工,涂料与颜料,塑料与塑料制品,化学试剂,橡胶原材料,橡胶制品,橡胶物理和化学试验方法,染料及染料中间体,农药,化肥,食品添加剂等。

本套汇编可取代我社原拟定出版的《中国国家标准分类汇编》的化工卷。在内容方面除收入全部化工国家标准外,还收入了化工行业标准和专业标准;在编排方法上,考虑到行业特点,将关系密切的标准尽量安排在一个分册里。因而其内容更加全面充实,更便于读者查阅和使用。

本套汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位乃至技术术语不尽相同。这次汇编时,只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

本册《化学工业标准汇编 无机化工 1994》,汇集了截止1993年12月底批准发布的全部现行无机化工标准255项,其中国家标准196项,行业标准28项,专业标准18项。

本汇编目录中,凡注有“*”者,均表示该标准已改为推荐性标准;注有“**”者,表示该国家标准已调整为行业标准。

由于编者的时间和水平有限,书中不当之处,请读者批评指正。

中国标准出版社

1994年8月

目 录

一、无机化工综合

GB 3050—82(88)*	无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法	电位滴定法	(3)
GB 3051—82(88)*	无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法	汞量法	(11)
GB 4097.1—83(89)*	硫酸铵氮含量的测定	蒸馏后滴定法	(20)
GB 4097.2—83(89)*	硫酸铵氮含量的测定	甲醛法	(23)
GB 4097.3—83(89)*	硫酸铵水分含量的测定	重量法	(25)
GB 4097.4—83(89)*	硫酸铵游离酸的测定	容量法	(26)
GB 4097.5—83(89)*	硫酸铵铁含量的测定	邻菲罗啉分光光度法	(28)
GB 4097.6—83(89)*	硫酸铵砷含量的测定	二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	(31)
GB 4097.7—83(89)*	硫酸铵砷含量的测定	古蔡法	(35)
GB 4097.8—83(89)*	硫酸铵重金属含量的测定	目视比浊法	(38)
GB 4097.9—83(89)*	硫酸铵水不溶物的测定	重量法	(40)
GB 4147.1—84*	浓硝酸中硝酸含量的试验方法	容量法	(42)
GB 4147.2—84*	浓硝酸中亚硝酸含量的试验方法	容量法	(44)
GB 4147.3—84*	浓硝酸中硫酸含量的试验方法	容量法	(46)
GB 4147.4—84*	浓硝酸中灼烧残渣含量的试验方法	重量法	(48)
GB 4178—84**	工业硫化钠中硫化钠和硫化钠含量的测定		(50)
GB 4348.1—84*	工业用氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定		(53)
GB 4348.2—84*	工业用氢氧化钠中氯化钠含量的测定	汞量法	(56)
GB 4348.3—84*	工业用氢氧化钠中铁含量的测定	邻菲罗啉光度法	(60)
GB 5139.1—85*	工业用液氯	容量法测定氯含量	(63)
GB 5139.2—85*	工业用液氯	重量法测定水分含量	(65)
GB 5139.3—85*	工业用液氯	电量法测定水分含量	(68)
GB 6276.1—86*	工业用碳酸氢铵	总碱度的测定 容量法	(72)
GB 6276.2—86*	工业用碳酸氢铵	氯化物含量的测定 电位滴定法	(74)
GB 6276.3—86*	工业用碳酸氢铵	硫化物含量的测定 目视比浊法	(79)
GB 6276.4—86*	工业用碳酸氢铵	硫酸盐含量的测定 目视比浊法	(81)
GB 6276.5—86*	工业用碳酸氢铵	灰分含量的测定 重量法	(83)
GB 6276.6—86*	工业用碳酸氢铵	铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	(84)
GB 6276.7—86*	工业用碳酸氢铵	砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	(86)
GB 6276.8—86*	工业用碳酸氢铵	砷含量的测定 砷斑法	(89)
GB 6276.9—86*	工业用碳酸氢铵	重金属含量的测定 目视比浊法	(91)
GB 6393.1—86*	工业碳酸氢钠	碳酸钠的测定 滴定法	(93)
GB 6393.2—86*	工业碳酸氢钠	碳酸氢钠的测定 滴定法	(95)
GB 6393.3—86*	工业碳酸氢钠	水分含量的测定 重量法	(97)
GB 6393.4—86*	工业碳酸氢钠	铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	(99)
GB 6393.5—86*	工业碳酸氢钠	氯化物含量的测定 汞量法	(101)
GB 6393.6—86*	工业碳酸氢钠	水不溶物的测定 比浊法	(105)

GB 6549.1—86*	氯化钾	钾含量的测定	四苯硼钾重量法	(107)
GB 6549.2—86*	氯化钾	氯含量的测定	汞量法和银量法	(110)
GB 6549.3—86*	氯化钾	钠含量的测定	火焰发射光谱法	(114)
GB 6549.4—86*	氯化钾	钙和镁含量的测定	原子吸收光谱法和 EDTA 容量法	(116)
GB 6549.5—86*	氯化钾	硫酸根离子含量的测定	硫酸钡重量法和分光光度法	(120)
GB 6549.6—86*	氯化钾	水分含量的测定	重量法	(123)
GB 6549.7—86*	氯化钾	水不溶物含量的测定	重量法	(125)
GB 6709—86*	黄血盐钠	含量的测定方法		(127)
GB 6710—86*	黄血盐钠	水不溶物的测定方法		(129)
GB 6711—86*	黄血盐钠	水分的测定方法		(131)
GB 7698—87*	工业用氢氧化钠	中碳酸盐含量的测定	滴定法	(132)
GB 7745.1—87*	工业氢氟酸	总酸度和六氟硅酸含量测定	滴定法	(137)
GB 7745.2—87*	工业氢氟酸	非挥发性酸含量测定	滴定法	(140)
GB 7745.3—87*	工业氢氟酸	六氟硅酸含量测定	分光光度法	(142)
GB 7745.4—87*	工业氢氟酸	铁含量测定	分光光度法	(145)
GB 7747.1—87*	工业无水氟化氢	水分含量的测定		(147)
GB 7747.2—87*	工业无水氟化氢	六氟硅酸含量的测定		(150)
GB 7747.3—87*	工业无水氟化氢	二氧化硫含量的测定		(152)
GB 7747.4—87*	工业无水氟化氢	不挥发酸含量的测定		(154)
GB 7823—87**	硅胶	试验方法		(156)
GB 9984.1—88*	工业三聚磷酸钠	白度的测定		(166)
GB 9984.2—88*	工业三聚磷酸钠	总五氧化二磷含量的测定	磷钼酸喹啉重量法	(169)
GB 9984.3—88*	工业三聚磷酸钠	离子交换柱色谱法分离测定不同形式的磷酸盐		(172)
GB 9984.4—88*	工业三聚磷酸钠	水不溶物的测定		(177)
GB 9984.5—88*	工业三聚磷酸钠和焦磷酸钠	灼烧损失的测定		(179)
GB 9984.6—88*	工业三聚磷酸钠	铁含量的测定	2,2'-联吡啶分光光度法	(181)
GB 9984.7—88*	工业三聚磷酸钠	pH 的测定	电位计法	(184)
GB 9984.8—88*	工业三聚磷酸钠	颗粒度的测定		(187)
GB 9984.9—88*	工业三聚磷酸钠	表观密度的测定	给定体积称量法	(189)
GB 9984.10—88*	工业三聚磷酸钠(包括食品工业用)	氮的氧化物含量的测定	3,4-二甲苯酚分光光度法	(192)
GB 9984.11—88*	工业三聚磷酸钠	I 型含量的测定		(196)
GB 11198.1—89*	工业硫酸	硫酸含量的测定和发烟硫酸中游离三氧化硫含量的计算	滴定法	(199)
GB 11198.2—89*	工业硫酸	灰分的测定	重量法	(205)
GB 11198.3—89*	工业硫酸	铁含量的测定	邻菲罗啉分光光度法	(207)
GB 11198.4—89*	工业硫酸	铁含量的测定	原子吸收分光光度法	(210)
GB 11198.5—89*	工业硫酸	砷含量的测定	二乙基二硫代氨基甲酸银光度法	(213)
GB 11198.6—89*	工业硫酸	砷含量的测定	古蔡法	(217)
GB 11198.7—89*	工业硫酸	铅含量的测定	双硫脲光度法	(219)
GB 11198.8—89*	工业硫酸	铅含量的测定	原子吸收分光光度法	(223)
GB 11198.9—89*	工业硫酸	汞含量的测定	双硫脲光度法	(226)

注：凡注有标记(**)的标准，已调整为行业标准。

GB 11198.10—89*	工业硫酸	汞含量的测定	冷原子吸收分光光度法	(229)
GB 11198.11—89*	工业硫酸	氮氧化物含量测定	2,4-二甲苯酚分光光度法	(233)
GB 11198.12—89*	工业硫酸	二氧化硫含量的测定	碘量法	(237)
GB 11198.13—89*	工业硫酸	氯含量的测定	电位滴定法	(239)
GB 11198.14—89*	工业硫酸	透明度的测定		(242)
GB 11198.15—89*	工业硫酸	色度的测定		(244)
GB/T 11200.1—89*	离子交换膜法氢氧化钠中氯酸钠含量的测定	邻-联甲苯胺分光光度法		(245)
GB/T 11200.2—89*	离子交换膜法氢氧化钠中三氧化二铝含量的测定	分光光度法		(247)
GB/T 11200.3—89*	离子交换膜法氢氧化钠中钙含量的测定	火焰原子吸收法		(250)
GB 11213.1—89*	化纤用氢氧化钠含量的测定方法(甲法)			(253)
GB 11213.2—89*	化纤用氢氧化钠中氯化钠含量的测定	分光光度法		(255)
GB 11213.3—89*	化纤用氢氧化钠中钙含量的测定	EDTA 络合滴定法		(258)
GB 11213.4—89*	化纤用氢氧化钠中硅含量的测定	还原硅钼酸盐分光光度法		(262)
GB 11213.5—89*	化纤用氢氧化钠中硫酸盐含量的测定	硫酸钡重量法(甲法)		(265)
GB 11213.6—89*	化纤用氢氧化钠中硫酸盐含量的测定	比浊法(乙法)		(267)
GB 11213.7—89*	化纤用氢氧化钠中铜含量的测定	分光光度法		(269)
GB/T 12495—90	活性炭型号命名法			(272)
GB/T 12496.1—90	木质活性炭检验方法	焦糖脱色力		(275)
GB/T 12496.2—90	木质活性炭检验方法	亚甲基蓝脱色力		(278)
GB/T 12496.3—90	木质活性炭检验方法	乙酸吸附值		(280)
GB/T 12496.4—90	木质活性炭检验方法	乙酸锌吸附值		(283)
GB/T 12496.5—90	木质活性炭检验方法	苯酚吸附值		(286)
GB/T 12496.6—90	木质活性炭检验方法	硫酸奎宁吸附力		(288)
GB/T 12496.7—90	木质活性炭检验方法	碘吸附值		(290)
GB/T 12496.8—90	木质活性炭检验方法	铁含量		(293)
GB/T 12496.9—90	木质活性炭检验方法	氯含量		(295)
GB/T 12496.10—90	木质活性炭检验方法	钙镁含量		(297)
GB/T 12496.11—90	木质活性炭检验方法	灼烧残渣		(299)
GB/T 12496.12—90	木质活性炭检验方法	酸溶物		(301)
GB/T 12496.13—90	木质活性炭检验方法	重金属含量		(303)
GB/T 12496.14—90	木质活性炭检验方法	锌盐含量		(305)
GB/T 12496.15—90	木质活性炭检验方法	硫化物含量		(307)
GB/T 12496.16—90	木质活性炭检验方法	氰化物含量		(308)
GB/T 12496.17—90	木质活性炭检验方法	未炭化物含量		(309)
GB/T 12496.18—90	木质活性炭检验方法	充填密度		(311)
GB/T 12496.19—90	木质活性炭检验方法	粒度		(313)
GB/T 12496.20—90	木质活性炭检验方法	pH 值		(315)
GB/T 12496.21—90	木质活性炭检验方法	干燥减量		(317)
GB/T 12496.22—90	木质活性炭检验方法	强度测定		(319)
GB/T 12684.1—90	工业硼酸	硼酸含量的测定		(321)
GB/T 12684.2—90	工业硼酸	水不溶物含量的测定		(324)
GB/T 12684.3—90	工业硼酸	硫酸盐含量的测定	还原滴定法	(326)
GB/T 12684.4—90	工业硼酸	硫酸盐含量的测定	目视比浊法	(330)

GB/T 12684.5—90	工业硼酸	氯化物含量的测定	(332)
GB/T 12684.6—90	工业硼酸	铁含量的测定	(334)
GB/T 12684.7—90	工业硼酸	氨含量的测定	(336)
GB/T 12684.8—90	工业硼酸	重金属含量的测定	(338)
GB/T 12684.9—90	工业硼酸	锰含量的测定	(340)
GB/T 12684.10—90	工业硼酸	铬含量的测定	(343)
GB/T 12684.11—90	工业硼酸	钴含量的测定	(345)

二、无机酸碱产品

GB 209—93	工业用氢氧化钠	(349)
GB 210—92	工业碳酸钠	(356)
GB 320—93	工业用合成盐酸	(367)
GB 337—84	浓硝酸	(379)
GB 534—89	工业硫酸技术条件	(381)
GB 538—90	工业硼酸	(384)
GB 1606.0—86	工业碳酸氢钠	(387)
GB 1919—80	氢氧化钾	(389)
GB 2091—92	工业磷酸	(394)
GB 4554—84	蓄电池用硫酸	(402)
GB 7744—87	工业氢氟酸	(414)
GB 7746—87	工业无水氟化氢	(416)
GB/T 11199—89	离子交换膜法氢氧化钠	(418)
GB 11212—89	化纤用氢氧化钠	(421)
GB 13549—92	工业氯磺酸	(424)
HG/T 2527—93	工业氨基磺酸	(433)

三、无机盐产品

GB 535—83	硫酸铵	(441)
GB 537—84	硼砂	(443)
GB 752—85	氯酸钾	(451)
GB 1587—92	工业碳酸钾	(458)
GB 1608—86	工业高锰酸钾	(469)
GB 1611—92	工业重铬酸钠	(473)
GB 1612—88**	工业水合碱式碳酸镁	(478)
GB 1613—93	工业硝酸钡	(489)
GB 1614—89	工业碳酸钡	(495)
GB 1615—79	二硫化碳	(502)
GB 1617—89	工业氯化钡	(506)
GB 1618—79	工业氯酸钠	(515)
GB 1619—79(88)**	氯化亚铜	(521)
GB 1620—79(88)**	氧化亚铜	(525)
GB/T 1621—93	工业氯化铁	(530)
GB 1622—86**	工业硫酸锰	(537)
GB 1918—86	工业硝酸钾	(545)

GB 2367—90	工业亚硝酸钠	(553)
GB 2899—82	沉淀硫酸钡	(559)
GB 3448—82	亚铁氰化钾	(569)
GB 3959—83	无水氯化铝	(574)
GB 4209—84	硅酸钠	(580)
GB/T 4553—93	工业硝酸钠	(585)
GB 6008—85**	磷酸氢二钠	(596)
GB 6009—92	工业无水硫酸钠	(607)
GB 6010—85**	工业焦亚硫酸钠	(616)
GB 6275—86	工业用碳酸氢铵	(621)
GB 6392—86**	工业硫酸镍	(624)
GB 6549—86	氯化钾	(638)
GB 6708—86	黄血盐钠	(640)
GB 7118—86	氯化钾(苦卤蒸发法)	(642)
GB 7817—87**	工业铁氰化钾	(655)
GB 9005—88**	工业无水亚硫酸钠	(661)
GB 9006—88**	工业焦磷酸钠	(668)
GB 9983—88	工业三聚磷酸钠	(673)
GB 10500—89	工业硫化钠	(676)
GB 10503—89**	软磁铁氧体用碳酸锰	(685)
GB 10660—89**	工业碳酸锶	(696)
GB 10665—89	电石	(714)
GB 10666—89	漂粉精	(726)
GB 10667—89**	工业用三氯化磷	(732)
HG/T 2154—91	工业硫氰酸钾	(737)
HG/T 2155—91	工业过硫酸钾	(743)
HG 2225—91	工业硫酸铝	(748)
HG 2226—91	工业沉淀碳酸钙	(752)
HG 2321—92	磷酸二氢钾	(759)
HG 2323—92	工业氯化锌	(771)
HG 2324—92	工业重铬酸钾	(779)
HG/T 2326—92	工业硫酸锌	(785)
HG/T 2327—92	工业氯化钙	(798)
HG/T 2328—92	工业硫代硫酸钠	(804)
HG 2427—93	氰氨化钙	(809)
HG/T 2496—93	漂白粉	(817)
HG/T 2497—93	漂白液	(823)
HG/T 2498—93	次氯酸钠溶液	(826)
HG/T 2517—93	工业磷酸三钠	(830)
HG/T 2518—93	工业过硼酸钠	(837)
HG/T 2519—93	工业六聚偏磷酸钠	(841)
HG/T 2520—93	工业亚磷酸	(846)
HG/T 2522—93	工业重质碳酸钾	(851)
HG/T 2523—93	工业碱式碳酸锌	(862)

HG/T 2526—93	工业氯化亚锡	(869)
HG 2528—93	氯化磷酸三钠	(874)
ZB G12 002—87*	工业硫酸氢钠	(880)
ZB G12 003—87*	工业用亚硫酸铵	(884)
ZB G12 004—87*	工业用亚硫酸氢铵	(891)
ZB G12 005—87*	高氯酸钾	(895)
ZB G12 006—87*	工业焦磷酸钾	(904)
ZB G12 007—87	工业硅酸铅(玻璃态)	(910)
ZB G12 008—88*	高碘酸钠	(918)
ZB G12 009—88*	工业天然碳酸钙	(922)
ZB G12 015—89*	工业亚氯酸钠	(929)
ZB G12 016—89*	工业结晶氯化铝	(934)
ZB G12 017—89	工业氟硅酸钠	(939)
ZB G12 018—89*	工业次磷酸钠	(946)
ZB G12 020—90	工业氰化钠	(952)
ZB G12 021—90*	工业过硫酸铵	(958)
ZB G12 022—90*	工业二硫化钼	(963)
ZB G12 023—90	牙膏工业用磷酸氢钙	(969)

四、氧化物、单质产品

GB 1610—89	工业铬酸酐	(981)
GB 1616—88	工业过氧化氢	(987)
GB 2449—92	工业硫磺及其试验方法	(993)
GB 3637—93	液体二氧化硫	(1015)
GB 4947—90	工业赤磷	(1022)
GB 5138—85	工业用液氯	(1027)
GB 7816—87	工业黄磷	(1030)
GB 7818—87**	细孔块状硅胶	(1038)
GB 7819—87**	粗孔块状硅胶	(1040)
GB 7820—87**	细孔球形硅胶	(1042)
GB 7821—81**	粗孔微球形硅胶	(1044)
GB 7822—87**	蓝胶指示剂和变色硅胶	(1046)
GB/T 9007—88**	粗孔球形硅胶	(1048)
HG 2322—92	工业金属钠	(1051)
HG 2325—92	电子工业用粒状一氧化铅	(1058)
HG/T 2354—92	薄层层析硅胶	(1064)
HG/T 2521—93	工业硅溶胶	(1071)
HG/T 2525—93	橡胶用不溶性硫磺	(1077)
ZB G13 003—90	工业二氧化硫脲	(1084)
ZB G13 004—90	非颜料用二氧化钛	(1089)

无机化工产品中氯化物含量 测定的通用方法——电位滴定法

Inorganic chemical products for industrial use—General method
for determination of chloride content—Potentiometric method

1 适用范围

本标准规定了无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法——电位滴定法。适用于氯化物(以Cl计)含量为0.01~75mg的试样,当使用的硝酸银标准溶液浓度小于0.02N时,滴定应在乙醇-水溶液中进行。

K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Ba^{2+} 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 BO_3^{3-} 、 CO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 等均不干扰测定;与 Ag^+ 生成难溶沉淀或络合物的离子及 MnO_4^- 等均干扰测定,其限量与排除方法参见附录D和E。

2 原理

在酸性的水或乙醇-水溶液中,以银(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。

3 仪器设备

3.1 一般实验室仪器设备;

3.2 电位滴定装置:

3.2.1 电位计:精度为2mV/格,量程为-500~+500mV;

3.2.2 参比电极:双液接型饱和甘汞电极,内充饱和氯化钾溶液,滴定时外套管内盛饱和硝酸钾溶液[4.3]和甘汞电极相连接;

3.2.3 测量电极:银电极或 ϕ 0.5mm银丝(含银99.9%,与电位计连接时要用屏蔽线)。

当使用的硝酸银标准溶液浓度低于0.005N时,应使用具有硫化银涂层的银电极。制备方法详见附录A。

3.3 微量滴定管:分度值0.02或0.01ml。

4 试剂和溶液

当未特别注明时,所用试剂均为分析纯试剂,水均为蒸馏水或相应纯度的水

4.1 95%乙醇(GB 679—80);

4.2 硝酸(GB 626—78):6N溶液;

4.3 硝酸钾(GB 647—77):室温下饱和溶液;

4.4 溴酚蓝(HG 3—1224—79):0.1%乙醇溶液;

4.5 氢氧化钠(GB 629—81):20%溶液;

4.6 氯化钾(基准试剂)。

4.6.1 0.1N氯化钾标准溶液:准确称取3.728g预先在130℃下烘至恒重的氯化钾[4.6],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。

4.6.2 0.01、0.005、0.001N或其他浓度的氯化钾标准溶液：将氯化钾标准溶液〔4.6.1〕准确稀释至所需倍数。

4.7 硝酸银(GB 670—77)：

4.7.1 0.1N硝酸银标准溶液：按GB 601—77配制；

4.7.2 0.01、0.005、0.001N或其它浓度的硝酸银标准溶液：将硝酸银标准溶液〔4.7.1〕准确稀释至所需倍数。

4.7.3 标定：称取5ml(或10ml)选定浓度的氯化钾标准溶液〔4.6.2〕，置于50ml烧杯中，加1滴溴酚蓝指示剂〔4.4〕，加1~2滴硝酸溶液〔4.2〕，使溶液恰呈黄色，再加15ml(或30ml)乙醇〔4.1〕，放入电磁搅拌子。将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，把测量电极〔3.2.3〕和参比电极〔3.2.2〕插入溶液中，连接电位计〔3.2.1〕接线，调整电位计零点，记录起始电位值。

用与氯化钾标准溶液浓度相对应的硝酸银标准溶液〔4.7.2〕进行滴定，先加入4ml(或9ml)，再逐次加入一定体积，对浓度为0.001、0.005、0.01和0.1N的硝酸银标准溶液，每次加入量分别为0.2、0.1和0.05ml(必要时可适当增加)，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 的最大值即为滴定的终点，终点后再继续记录一个电位值 E 。记录格式详见附录C。

标定0.1N硝酸银标准溶液〔4.7.1〕时，应取25ml氯化钾标准溶液〔4.6.1〕，加入2ml硝酸溶液〔4.2〕。在水溶液中进行，其它操作与上述步骤相同。

滴定至终点所消耗的硝酸银标准溶液的体积按下式计算：

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

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

V_1 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前最后一次加入之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的绝对值之和(见附录C)。

4.7.4 硝酸银标准溶液的当量浓度 N 按下式计算：

$$N = \frac{N_0 \cdot V_2}{V_3} \dots\dots\dots (2)$$

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_3 ——滴定时所消耗的硝酸银标准溶液的体积，ml。

5 操作步骤

5.1 试液的制备

称取适量的试样用合适的方法处理，或移取经化学处理后的适量试液(使干扰离子不大于规定的限量，参见附录D)，置于烧杯中，加1滴溴酚蓝指示液〔4.4〕，用氢氧化钠溶液〔4.5〕或硝酸溶液〔4.2〕调节试液的酸度至恰呈黄色，移入适当大小的容量瓶中，加水至刻度，摇匀。此试液中氯离子的浓度为 $1 \sim 1.5 \times 10^3 \text{ mg/l}$ 。

5.2 滴定

准确移取一定量的试液〔5.1〕，使氯含量为0.01~75mg，置于50ml烧杯中，加乙醇〔4.1〕，使乙醇与所取试液的体积之比为3:1，总体积不大于40ml。当所用的硝酸银标准溶液浓度大于0.02N时可不加乙醇，以下操作按〔4.7.3〕中加乙醇以后的规定进行，但不再一次加入4ml(或9ml)硝酸银标准溶液。

当试液中氯离子浓度太低，滴定所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所消耗的硝酸银标准溶液的体积。
同时作空白试验。

6 结果的表示和计算

氯化物(以Cl计)含量按下式计算:

$$\begin{aligned} \text{Cl}(\%) &= \frac{(V_4 - V_5) N \times 0.03545}{m} \times 100 \\ &= \frac{N(V_4 - V_5) \times 3.545}{m} \dots\dots\dots (3) \end{aligned}$$

式中: N ——硝酸银标准溶液的当量浓度;

V_4 ——滴定所消耗的硝酸银标准溶液的体积, ml;

V_5 ——空白滴定所消耗的硝酸银标准溶液的体积, ml;

m ——被滴定试样的质量;

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(M14)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(温度约25℃)中,浸没深度为3~5cm,浸没时间为30分钟,取出,用自来水冲洗约10分钟,再用蒸馏水洗净,备用。

所制备的电极,用0.005N硝酸银标准溶液对0.005N氯化钾标准溶液进行标定时,终点电位突跃值应大于60mV。

附录 B

(参考件)

本附录提供了预计所取试液中氯化物(以Cl计)的含量和建议采用的标准溶液浓度及测量电极的种类, 见下表。

所取试液中Cl ⁻ 含量, mg/l	选用标准溶液(AgNO ₃ 和KCl)的浓度, N	选用测量电极的种类
1~10	0.001	Ag-Ag ₂ S
10~100	0.005	Ag-Ag ₂ S
100~250	0.01	Ag-Ag ₂ S
250~1500	0.1	Ag