



中华人民共和国国家标准

GB/T 6276.2—2010
代替 GB/T 6276.2—1986

工业用碳酸氢铵的测定方法 第2部分：氯化物含量 电位滴定法

Determination of ammonium hydrogen carbonate for industrial use—
Part 2: Chloride content—Potentiometric titration method

2010-06-30 发布

2011-01-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用碳酸氢铵的测定方法
第 2 部分:氯化物含量 电位滴定法
GB/T 6276.2—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010 年 8 月第一版 2010 年 8 月第一次印刷

*

书号:155066·1-40254 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

GB/T 6276《工业用碳酸氢铵的测定方法》分为几个部分：

- 第1部分：碳酸氢铵含量 酸碱滴定法；
- 第2部分：氯化物含量 电位滴定法；
- 第3部分：硫化物含量 目视比浊法；
- 第4部分：硫酸盐含量 目视比浊法；
- 第5部分：灰分含量 重量法；
- 第6部分：铁含量 邻菲罗啉分光光度法；
- 第7部分：砷含量 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法；
- 第8部分：砷含量 砷斑法；
- 第9部分：重金属含量 目视比浊法。

本部分是 GB/T 6276 的第2部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分代替 GB/T 6276.2—1986《工业用碳酸氢铵 氯化物含量的测定 电位滴定法》。

本部分与 GB/T 6276.2—1986 的主要差异是：

- 试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法执行 HG/T 2843 标准；
- 测量电极选用氯离子选择电极；
- 增加了平行测定结果允许差的规定。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本部分主要起草人：周庆云、屈昕。

本部分于 1986 年首次发布。

工业用碳酸氢铵的测定方法

第2部分:氯化物含量 电位滴定法

1 范围

GB/T 6276 的本部分规定了采用电位滴定法测定工业用碳酸氢铵中氯化物的含量。

本部分适用于工业用碳酸氢铵中氯化物含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6276 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

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 原理

在丙酮(或乙醇)的酸性溶液中,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,用硝酸银标准滴定溶液滴定,用电位突跃确定滴定终点。

4 试剂和材料

下列的部分试剂和溶液易燃且有腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,如有不适应立即就医。

本部分所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

4.1 丙酮。

4.2 95%乙醇。

4.3 30%过氧化氢。

4.4 硝酸溶液,6 mol/L。

4.5 硝酸钾饱和溶液。

4.6 碳酸钠溶液,5%。

4.7 氯化钾标准溶液,0.1 mol/L;准确称取 3.728 g 预先在 130 °C 下干燥至质量恒定的氯化钾(基准试剂),称准至 0.000 2 g,置于烧杯中,加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。

4.8 氯化钾标准溶液:0.005 mol/L,吸取 5 mL 氯化钾标准溶液(4.7),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.9 硝酸银标准滴定溶液, $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.10 硝酸银标准滴定溶液, $c(\text{AgNO}_3)=0.005 \text{ mol/L}$ 。

4.10.1 配制

吸取 5 mL 硝酸银标准滴定溶液(4.9),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.10.2 标定

吸取 5 mL 氯化钾标准溶液(4.8),置于 150 mL 烧杯中,加水 5 mL,加一滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液约 1~2 滴,使溶液刚好呈黄色。再加入 30 mL 丙酮,放入电磁搅拌子,将烧杯置于电磁搅拌器

上,开动电磁搅拌器,将参比电极和测量电极插入溶液中,连接电位计接线,调整电位计零点,记录起始电位值。

用硝酸银标准溶液进行滴定,先加入 4 mL,再每次加入 0.1 mL,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 ,计算出电位增量值 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 0.1 mL 硝酸银标准溶液,记录一个电位值 E 。记录格式参见附录 A。

滴定至终点所消耗的硝酸银标准溶液的体积 V 按式(1)计算:

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

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的数值,单位为毫升(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的数值,单位为毫升(mL);

b —— ΔE_2 的最后一次正值的数值,单位为毫伏(mV);

B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值绝对值之和。

4.10.3 计算

硝酸银标准溶液的浓度 c 按式(2)计算:

$$c = \frac{c_0 V_2}{V} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_0 ——氯化钾标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——氯化钾标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定时所消耗的硝酸银标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.11 溴(甲)酚蓝指示液。

5 仪器

5.1 一般实验室仪器。

5.2 电位滴定装置:

5.2.1 电位计:分度值为 2 mV,量程为 -500 mV~+500 mV;

5.2.2 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,和甘汞电极相连接;

5.2.3 测量电极:氯离子选择电极;

5.3 微量滴定管:分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL。

6 分析步骤

做两份试料的平行测定。

6.1 试液的制备

称取约 5 g~10 g 试样(精确到 0.1 g)置于 150 mL 烧杯中,加入 30 mL 水溶解,再加入 2 滴过氧化氢溶液、0.5 mL 碳酸钠溶液,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 10 mL,加入 1 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液,使溶液刚好呈黄色。

6.2 滴定

向试液中加入 30 mL 丙酮,然后按硝酸银标准溶液的标定中加丙酮以后的步骤进行。但第一次不加入 4 mL 硝酸银标准溶液。

若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 1 mL 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(4.8)所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积。

如用乙醇能得到明显的电位突跃,也可用乙醇代替丙酮。

6.3 空白试验

除不加试料外,操作步骤和试剂均与测定时相同。

6.4 试验记录格式

附录 A 给出了试验记录格式示例。

7 分析结果的表述

氯化物的含量以氯(Cl)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{c(V_3 - V_4) \times 35.45}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——硝酸银标准溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——测定时所消耗硝酸银标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验所消耗硝酸银标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

35.45——氯(Cl)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后四位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 50%。

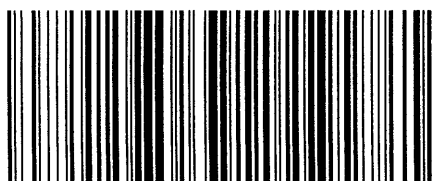
附 录 A
(资料性附录)
试验记录格式

表 A.1 试验记录格式示例

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

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

注：表 A.1 中的第一、二栏分别记录所加入的硝酸银标准滴定溶液的总容积和对应的电位值 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。



GB/T 6276.2-2010

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 1-40254

定价：14.00 元