

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0064.1~0064.80—93

地下水水质检验方法

1993-02-27 发布

1993-10-01 实施

中华人民共和国地质矿产部 发布

地下水水质检验方法

银量滴定法测定氯化物

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银量滴定法测定氯离子的方法。

本标准适用于地下水中氯离子的测定。测定范围为 3~400mg/L。若氯离子含量大于 400mg/L 时，可少取水样，用蒸馏水稀至 50mL 后，再进行测定。

2 方法提要

银离子与氯离子作用生成氯化银沉淀，当有铬酸钾指示剂存在时，银离子与氯离子反应后，过量的银离子即与铬酸根反应，生成红色铬酸银沉淀，根据硝酸银溶液的消耗量可计算氯离子的含量。

3 试剂

3.1 氯化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.05\text{mol/L}$]：取氯化钠于清洁的坩埚中，于 500℃ 灼烧 1h，把坩埚放在干燥器中冷却。称取冷却后的氯化钠 2.922 1g 溶于蒸馏水中，移入 1 000mL 容量瓶内，用蒸馏水定容。

3.2 硝酸银标准溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=0.05\text{mol/L}$]。

3.2.1 配制：称取硝酸银 (AgNO_3) 8.5g，溶于蒸馏水中，稀释至 1 000mL，贮于棕色瓶中。

3.2.2 标定：准确吸取氯化钠标准溶液 (3.1) 25mL 于 250mL 三角瓶中 (同时取 3 份)，加蒸馏水 25mL，加铬酸钾指示剂 (3.3) 10 滴，用硝酸银溶液滴定至出现稳定的淡桔黄色为止。记录硝酸银溶液的用量 V_2 。同时取 25.0mL 蒸馏水代替氯化钠溶液按上述步骤做空白试验，记录硝酸银的用量 V_0 。

3.2.3 按下式计算硝酸银溶液的准确浓度：

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{c_1 \times V_1}{V_2 - V_0}$$

式中： $c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准溶液的浓度，mol/L；

c_1 ——氯化钠标准溶液的浓度，mol/L；

V_1 ——吸取氯化钠标准溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定氯化钠溶液时消耗硝酸银溶液的体积，mL；

V_0 ——空白试验中消耗硝酸银溶液的体积，mL。

3.3 铬酸钾溶液 (100g/L)：称取铬酸钾 10g 溶于少量蒸馏水中，在不断搅拌下，慢慢滴入硝酸银标准溶液至产生砖红色沉淀。放置过夜，过滤，将滤液稀释至 100mL 备用。

4 分析步骤

4.1 样品分析

吸取水样 50.0mL 于 250mL 三角瓶中，加入铬酸钾溶液 (3.3) 10 滴，在不断振摇下，用硝酸银标准溶液 (3.2) 滴定至出现稳定的淡桔黄色即为终点。

4.2 空白试验

吸取蒸馏水 50.0mL 代替水样,按 4.1 步骤进行空白测定。

5 分析结果的计算

按下式计算氯离子的质量浓度:

$$\text{Cl}^- (\text{mg/L}) = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 35.45}{V} \times 1000$$

式中: c ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——测定水样所消耗硝酸银溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验所消耗硝酸银溶液的体积, mL;

V ——所取水样的体积, mL;

35.45——与 1.00mL 硝酸银标准溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以毫克表示的氯离子质量。

6 精密度和准确度

同一实验室,对含有 250mg/L 氯离子的水样进行 6 次测定,其相对标准偏差为 4.0%,相对误差为 1.6%。

41 个实验室分析统一分发的同一标准样品,室间总相对标准偏差为 0.82%,相对误差为 ±1%。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由地质矿产部天津市中心实验室负责起草。

本标准主要起草人史继东。