

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 氯化物的测定 银量法

CJ/T 74—1999

Municipal sewage—Determination of chloride
—Argentometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用银量法测定城市污水中的氯化物。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中氯化物的测定。

1.1 测定范围

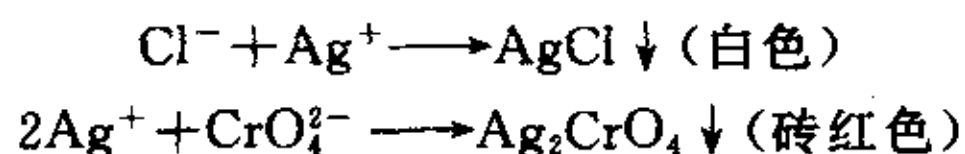
本方法测定氯离子的浓度范围为 10~500 mg/L。

1.2 干扰

本方法受 Br^- 、 I^- 、 CN^- 、 S^{2-} 、 SO_3^{2-} 等离子的干扰,应预先除去。

2 方法原理

污水中的氯离子与硝酸银反应,生成难溶的氯化银白色沉淀。以硝酸银滴定法测定水中可溶性氯化物,可用铬酸钾作指示剂,因氯化银的溶解度比铬酸银小,所以可溶性氯化物被滴定完全后,稍过量的硝酸银与铬酸钾生成稳定的砖红色铬酸银沉淀,指示终点的到达。反应式如下:



3 试剂和材料

均使用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水。

3.1 15%(m/V)硫酸铝溶液

称取 15 g 硫酸铝 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 100 mL 水中。

3.2 50%(m/V)氢氧化钠溶液

称取 50 g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于 100 mL 水中。

3.3 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$

取 4 mL 硫酸小心倒入 140 mL 水中。

3.4 氢氧化钠溶液: $c_1(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$

称取 4 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

3.5 氯化钠标准溶液: $c_2(\text{NaCl})=0.0282 \text{ mol/L}$

称取 $8.242 \pm 0.008 \text{ g NaCl}$ (经 140°C 干燥) 溶于水,移入 500 mL 容量瓶稀释至标线,摇匀,此溶液 1.00 mL 含 10.0 mg 氯离子。临用时,取上述溶液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀,此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 氯离子。

3.6 硝酸银标准溶液

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

3.6.1 配制

称取经 110℃ 干燥 1~2 h 的硝酸银 4.79 g 溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶,稀释至标线,摇匀,在棕色试剂瓶中保存。

3.6.2 标定

吸取氯化钠标准溶液(3.5)10.00 mL 于 150 mL 锥形瓶内,加入 20 mL 水,同时取 30 mL 水于另一 150 mL 锥形瓶作空白,各瓶分别加入 1 mL 铬酸钾溶液(3.7),分别以硝酸银标准溶液滴定至终点(砖红色)。

硝酸银标准溶液浓度 c_3 (mol/L) 由下式计算:

$$c_3 = \frac{c_2 V_2}{V_1 - V_0} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——滴定空白时硝酸银标准溶液用量, mL;

V_1 ——滴定氯化钠标准溶液时硝酸银标准溶液的用量, mL;

V_2 ——标定时所取氯化钠标准溶液的体积, mL;

c_2 ——氯化钠标准溶液的浓度, mol/L。

3.7 铬酸钾溶液

称取 5 g 铬酸钾,溶于少量水,滴加硝酸银标准溶液(3.6)至红色不褪,搅拌均匀后放置过夜。然后用滤纸过滤,将滤液用水稀释至 100 mL。

4 仪器

分析天平。

5 分析步骤

5.1 空白试验

取 50 mL 水,按 5.2.2 操作。

5.2 测定

5.2.1 预处理

量取 100 mL 实验室样品作为试料用硫酸溶液(3.3)或氢氧化钠溶液调节(3.4)pH 接近 7。加 2~3 滴硫酸铝溶液(3.1),加 1~2 滴氢氧化钠溶液(3.2),摇匀,使悬浮颗粒沉淀,上清液供氯离子测定。

5.2.2 滴定

取 50 mL 上清液(若氯离子含量较高,可取适量上清液用水稀释至 50 mL),于 150 mL 锥形中,加 1 mL 铬酸钾溶液(3.7),以硝酸银溶液(3.6)滴定到刚出现砖红色沉淀时即为终点。

6 分析结果的表述

氯化物的浓度以氯离子计 c_4 (mg/L) 由下式计算:

$$c_4 = \frac{c_3(V_3 - V_0) \times 35.45 \times 1\,000}{V} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_3 ——滴定试料时硝酸银标准溶液的用量, mL;

V_0 ——滴定空白时硝酸银标准溶液的用量, mL;

V ——试料体积, mL;

c_3 ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;

35.45——氯离子的摩尔质量, g/mol。

7 其他

7.1 滴定试料时要求 pH 值在 6.5~10.5。

酸度大,铬酸钾溶解度增加,影响滴定结果,可用 1 mol/L 的氢氧化钠溶液(3.4)调节;如碱性太强,银离子与氢氧根生成沉淀,也影响测定结果,此时,可以用 1 mol/L 的硫酸溶液(3.3)来调节。

7.2 样品较透明,悬浮颗粒少,可省去沉淀操作。

7.3 样品中如含有硫化物、亚硫酸盐时,会干扰测定。

取适量样品,用硫酸溶液(3.3)酸化,稀至 50 mL,加入过氧化氢(H_2O_2),并加热数分钟,除去硫化物及亚硫酸盐,冷却后用氢氧化钠溶液(3.4)中和,再行测定。

7.4 采用灰化法预处理样品

如果样品中有机物含量高或色度大,难以辨别终点时,可取适量实验室样品作为试料置于坩埚内,调节 pH 至 8~9,在水浴上蒸干,置箱式电阻炉中 600℃灼烧 1 h,冷却后,将 10 mL 水分几次加入试料溶解残物,全部移入 250 mL 锥形瓶,调 pH 至 7 左右,按 5.2.2 步骤测定。经灰化处理的样品,滴定终点变色敏锐,但操作繁琐,费时较长,一般应尽量采用沉淀法,以求快速简便。

附加说明:

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人严英华。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。