

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T XXXXX. 2—202X

烧结烟气脱硫灰 氯离子含量的测定
电位滴定法

Sintering flue gas desulphurization ash-Determination of chloride
content-Potentiometric method

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC183）归口。

本文件起草单位：鞍钢股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：亢德华、王一凌、邓军华、仇金辉、刘祥、王铁、耿继双、唐艳秀、张若鹏、王伟、李东阳、康宝军、王姜维、张道光、刘冬杰、陈剑。

烧结烟气脱硫灰 氯离子含量的测定 电位滴定法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了电位滴定法测定氯离子含量的原理、试剂、仪器设备、取制样、分析步骤、结果计算、精密度和试验报告。

本文件适用于烧结烟气脱硫灰中氯离子含量的测定。测定范围（质量分数）：1.0%~10.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃量器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃量器 单标线吸收管

JJG 814 自动电位滴定仪检定规程

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用水和硝酸使氯化物溶解，过滤除去不溶物，用硝酸银标准溶液滴定，使其与滤液中氯离子反应生成氯化银沉淀，用自动电位滴定仪判定滴定终点，根据所消耗的硝酸银标准溶液的体积计算氯离子含量。

5 试剂

除非另有说明，分析中应使用分析纯试剂，所用水应满足GB/T 6682中三级及以上的水。

5.1 硝酸，1+4。

5.2 硝酸，1+9。

5.3 氢氧化钠溶液，5 g/L

称取分析纯氢氧化钠 5 g，溶于 1000 mL 水中，混匀，贮于塑料瓶中。

5.4 氯离子标准溶液， $c(\text{Cl}^-)=0.0250 \text{ mol/L}$

准确称取 1.4610 g 已在 500 °C~600 °C 烘 2 h 的基准氯化钠，溶于少量水中，然后移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.5 硝酸银标准滴定溶液， $c(\text{AgNO}_3)=0.025 \text{ mol/L}$

a) 配制：称取 4.38 g 硝酸银，精确至 0.000 1 g，置于烧杯中，加水溶解后，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮于棕色瓶中，避光保存。

b) 标定：分取氯离子标准溶液（见 5.4）5.00 mL 于 250 mL 烧杯中，加入 2 mL 硝酸（见 5.2），用水稀释至约 150 mL，在自动电位滴定仪上，以复合银电极为指示电极，用硝酸银标准滴定溶液滴定。硝酸银标准滴定溶液的浓度，按式（1）计算。

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{c(\text{Cl}^-) \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$c(\text{Cl}^-)$ ——氯离子摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——分取氯离子标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——硝酸银溶液标定体积，单位毫升（mL）。

6 仪器设备

6.1 天平，可精确至 0.0001 g。

6.2 容量瓶，A 级，符合 GB/T 12806 的要求。

6.3 移液管，A 级，符合 GB/T 12808 的要求。

6.4 自动电位滴定仪，符合 JJG 814 的要求。

6.5 复合银电极。

7 取制样

按 GB/T 2007.1 和 GB/T 2007.2 方法取制样，试样应全部通过 150 μm 筛孔。

8 分析步骤

8.1 试料量

按表1称取试料，精确至0.0001g。

表 1 试料称取量

氯离子含量（质量分数）/%	试料量/g
1.0~5.0	0.50

>5.0~10.0	0.20
-----------	------

8.2 测定次数

对同一试样，至少独立测定2次。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

将准确称量试料（见8.1）置于250 mL烧杯中，加入约70 mL水，用玻璃棒充分搅拌，使试样散开，加入硝酸（见5.1）1 mL，于电热板微沸立即取下，用中速滤纸加脱脂棉过滤于250 mL烧杯中，用水洗烧杯及沉淀各3次~4次，控制滤液体积约150 mL，用硝酸（见5.2）或氢氧化钠（见5.3）调节滤液pH值3.0左右后，将烧杯置于自动电位滴定仪的滴定台上，放入磁搅拌子，插入复合银电极及滴定头，打开滴定仪及搅拌器，用硝酸银标准溶液（见5.5）滴定，记录仪器自动给出的计量点滴定体积。

8.5 结果计算

按式（2）计算试样中氯离子含量：

$$w(\text{Cl}^-) = \frac{c(\text{AgNO}_3) \times V \times 35.453}{m_0 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V ——滴定所消耗的硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- 35.453 ——氯的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- m_0 ——试料质量，单位为克（g）。

9 精密度

本文件测试结果的精密度于2020年由6个实验室，对5个水平的样品进行精密度试验，每个实验室对每个水平独立测试3次，按GB/T 6379.2统计确定方法的精密度见表2。

表2 精密度

氯离子含量（质量分数）	重复性限r	再现性限R
1.0~10.0	1gr=0.614 2lgm-1.233 8	R=0.027 39m+0.045 54

当两次独立分析结果差值的绝对值不大于r时，则取其算术平均值 μ 作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于r时，按附录A的规定追加测定次数并确定分析结果。分析结果按GB/T 8170的规定修约，原始结果见附录B。

10 试验报告

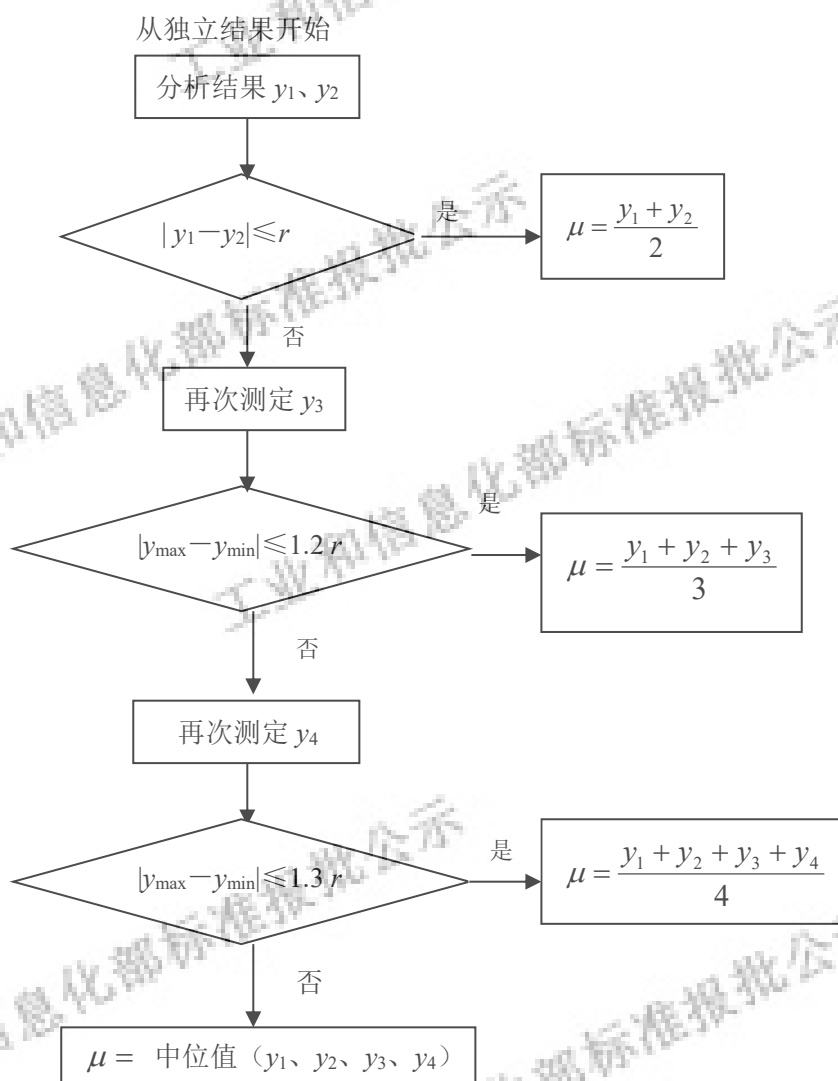
试验报告应包括以下信息：

- a) 测试实验室名称和地址；
- b) 收样日期和试验报告签发日期；
- c) 执行的文件编号；
- d) 试样本身必要的详细说明；
- e) 试样的保留时间；
- f) 试验结果；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性和在本文件中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作；
- h) 试样检测人员和报告签发人员。

附录 A

(规范性)

试样分析结果接受程序流程图



图A.1 试样分析结果接受程序流程图

附录 B

(资料性)

精密度实验原始数据

表B.1是2020年由6个实验室对5个水平样品进行精密度试验的原始数据。

表 B.1 氯离子含量原始数据

实验室	氯离子含量（质量分数）/%				
	水平-1	水平-2	水平-3	水平-4	水平-5
1	1.152	2.090	2.826	6.454	9.711
	1.145	2.087	2.817	6.416	9.651
	1.148	2.086	2.813	6.435	9.682
2	1.171	2.046	2.741	6.613	9.713
	1.167	2.040	2.738	6.513	9.707
	1.157	2.061	2.756	6.487	9.699
3	1.092	2.131	2.883	6.610	9.622
	1.173	2.078	2.796	6.489	9.713
	1.147	2.065	2.816	6.502	9.698
4	1.209	2.144	2.804	6.534	9.589
	1.178	2.131	2.765	6.478	9.478
	1.201	2.052	2.686	6.697	9.422
5	1.168	2.112	2.803	6.598	9.607
	1.109	2.054	2.789	6.523	9.691
	1.172	2.078	2.703	6.641	9.485
6	1.152	2.071	2.776	6.459	9.596
	1.164	2.125	2.798	6.476	9.885
	1.138	2.088	2.827	6.532	9.716

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示