

微库仑法测定粗苯中的氯含量

1、方法概述：

将样品注入维持在 900℃ 的具有氧气和氩气气流的流动的燃烧管中，氧化裂解将有机氯化物转化为氯化氢，并由载气带入滴定池中，在滴定池中与电解液中存在的银离子发生反应 ($\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{AgCl} \downarrow$)，消耗掉的银离子由微库仑仪电解补充，根据电解补充银离子所消耗的电量，依据法拉第电解定律，计算出样品中氯含量。

该方法适用标准：ASTM D5808，SH/T 1757。

2、试剂与材料

2.1 载气：氩气，纯度 $\geq 99.5\%$ ；

2.2 反应气：氧气，纯度 $\geq 99.5\%$ ；

2.3 微量进样器：50 μL ；

2.4 脱水剂：浓硫酸，分析纯；

2.5 电解液：70%冰乙酸；

2.6 标准样品：氯标准样品；

3、仪器

3.1 KC-WK-2100 微库仑分析仪：用于测量电解池上参比-测量电极对的电位差，并将该电位差与偏压进行比较，放大此差值至电解池的电解电极对上产生电流，电解阳极发生氧化反应产生出银离子。

3.2 温度流量控制器：具有两段炉温控制的裂解炉；具有能控制载气流量、进口氧流量和裂解氧流量的气体流量控制器。

3.3 裂解管：具有汽化段和燃烧段的石英裂解管，样品由微量进样器注入到汽化段，由载气携带到燃烧段与氧气反应。

3.4 电解池：配有两对电极，其中参比和测量电极对用于指示电解液中银离子浓度，阳极和阴极电极对用于电解被氯离子消耗掉的银离子。

3.5 计算机工作站：用于控制和显示微库仑分析仪的工作状态、电解电流信号大小，计算电解消耗掉的电量，根据法拉第电解定律计算出样品中的氯含量。对实验结果和谱图进行保存和上传。

4、实验参数

4.1 偏压：150mv；

4.2 裂解炉温：汽化段 800℃，燃烧段 950℃；

4.3 气体流量：载气 150mL/min，进口氧 10mL/min，裂解氧 350mL/min；

4.4 进样量：20uL；

4.5 进样速度：1uL/s；

5、实验步骤

5.1 仪器校正：用与待测样品浓度相近的氯标准样品校正仪器。用微量进样器抽取 20uL 标准样品，待仪器稳定后以 1uL/s 的速度进入到裂解管中，测试仪器的回收率，连续测试 3 针以上，平均回收率一般在 80-110%之间。

5.2 样品测试：仪器校正结束后，抽取被测样品 20uL，以 1uL/s 的速度进入到裂解管中，连续测试 3 针以上，重复性必须满足标准的要求，样品测试数据和谱图将由计算机自动保存。

6、测试案例

