

ICS 71.040.40
G 76
备案号:27244—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2156—2009

代替 HG/T 2156—1991

工业循环冷却水中阴离子表面活性剂的 测定 亚甲蓝分光光度法

**Determination of anionic surfactants in industrial circulating cooling water——
Spectrophotometric method using methylene blue**

[ISO 7875-1 : 1996, Water quality—Determination of surfactants—Part
1: Determination of anionic surfactants by measurement of the methylene blue
index(MBAS), NEQ]

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准对应于 ISO 7578-1 : 1996《水质—表面活性剂的测定—第 1 部分:亚甲蓝指数法(MBAS)测定阴离子表面活性剂》(英文版)。本标准与 ISO 7578-1 : 1996 的一致性程度为非等效。

本标准代替 HG/T 2156—1991《工业循环冷却水中阴离子表面活性剂的测定 亚甲蓝分光光度法》。

本标准与 HG/T 2156—1991 的主要差异为:

——将测定的吸收波长由“652 nm”改为“650 nm”。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:白莹、邵宏谦、李琳。

本标准于 1991 年首次发布。

工业循环冷却水中阴离子表面活性剂的测定 亚甲蓝分光光度法

1 范围

本标准规定了测定工业循环冷却水中阴离子表面活性剂的方法。

本方法适用于含量为 0.05 mg/L~2.0 mg/L 工业循环冷却水中阴离子表面活性剂(统称为亚甲蓝活性物质)的测定。

本方法不适用于有机硫酸盐或磺酸盐等阴离子物质和季铵盐化合物等阳离子物质的浓度分别超过直链烷基苯磺酸钠浓度的 15 % 和 8 % 时阴离子表面活性剂的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, mod ISO 3696 : 1987)

3 方法提要

阳离子染料亚甲蓝与阴离子表面活性剂(统称亚甲蓝活性物质)反应生成蓝色离子配合物,用氯仿萃取,于 650 nm 最大吸收波长处测量吸光度,并由校准曲线求得阴离子表面活性剂的浓度。

4 试剂和材料

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。试验中所需制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 603 的规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。本标准中所用氯仿为可疑致癌物,使用时应注意防护。

- 4.1 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.2 氯仿。
- 4.3 甲醇。
- 4.4 硫酸。
- 4.5 硫酸溶液:1+35。
- 4.6 氢氧化钠溶液:40 g/L。
- 4.7 盐酸-乙醇溶液:3+17。
- 4.8 甲醛溶液:1+99。
- 4.9 直链烷基苯磺酸钠标准贮备溶液:1.00 mg/mL。

称取 0.100 g 直链烷基苯磺酸钠标准物(其烷基碳链在 $\text{C}_{10} \sim \text{C}_{13}$ 之间,平均碳数为 12,平均相对分子质量为 344.4),溶于 50 mL 水中,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,保存于 4 ℃ 冰箱中,有效期为两个月。

- 4.10 直链烷基苯磺酸钠标准溶液:10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 10.00 mL 直链烷基苯磺酸钠标准贮备溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

当天配制。

4.11 亚甲蓝溶液。

称取 50.0 g 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 300 mL 水中,移入 1 000 mL 容量瓶内,缓慢加入 6.8 mL 硫酸,摇匀;另称取 0.03 g 亚甲蓝,用 50 mL 水溶解,移入上述容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮存于棕色瓶中。

4.12 洗涤液。

称取 50.0 g 磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 300 mL 水中,移入 1 000 mL 容量瓶内,缓慢加入 6.8 mL 硫酸,用水稀释至刻度,摇匀。

4.13 酚酞指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

4.14 玻璃棉或脱脂棉:

在索式抽提器中用氯仿提取 4 h 后,取出干燥,保存在清洁的玻璃瓶内待用。

5 仪器设备

5.1 分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

5.2 分液漏斗:250 mL。最好用聚四氟乙烯活塞。

注:分液漏斗的活塞不得用油脂润滑,可在使用前用氯仿润湿。

5.3 索式抽提器。

注:所用玻璃器皿在使用前先用水彻底洗涤,再用盐酸-乙醇溶液清洗,最后用水冲洗干净。

6 采样

6.1 采样瓶应是经甲醇清洗过的清洁的玻璃瓶。

6.2 如不能及时测定,试样要按下述办法处理。

6.2.1 试样保存期在 24 h 内,可将试样冷藏在 4℃ 冰箱中。

6.2.2 保存期在 4 d 以内时,可加入甲醛溶液。

6.2.3 保存期在 8 d 以内时,则需用氯仿饱和水样。

7 分析步骤

7.1 校准曲线的绘制

7.1.1 取一组 250 mL 分液漏斗 10 个,分别加入 0.00 mL(空白)、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL、11.00 mL、13.00 mL、15.00 mL 和 20.00 mL 直链烷基苯磺酸钠标准溶液,用水稀释至约 100 mL,摇匀。

7.1.2 加一滴酚酞指示剂,逐滴加入氢氧化钠溶液至水溶液呈红色,再滴加硫酸溶液至红色刚好消失。

7.1.3 加入 25.0 mL 亚甲蓝溶液,摇匀后再加 10 mL 氯仿,以每秒两次的速度振摇 30 s,静置分层。

7.1.4 将氯仿层放入预先盛有 50 mL 洗涤液的第二个分液漏斗中。重复萃取两次,每次用 10 mL 氯仿。将每次的氯仿萃取液均收集到第二个分液漏斗中,以每秒振摇两次的速度振摇 30 s,静置分层。将氯仿层通过玻璃棉或脱脂棉,用 50 mL 容量瓶收集;用氯仿萃取洗涤液两次(每次用量为 5 mL),此氯仿层也并入容量瓶中。用氯仿稀释至刻度,摇匀,待测定用。

注:过分地摇动会发生乳化,向每个漏斗中加入相同体积的异丙醇(小于 10 mL)可消除乳化现象。

7.1.5 以空白为参比,用 1 cm 吸收池于 650 nm 处测量各溶液的吸光度。

7.1.6 以测得的吸光度为纵坐标,相应的直链烷基苯磺酸钠含量(μg)为横坐标,绘制校准曲线。

7.2 试样体积的选择

可按表 1 选择试样的体积。

表 1

预计的亚甲蓝活性物质浓度/(mg/L)	试样量/mL
0.05~2.0	100
2.0~10	20
10~20	10
20~40	5

当预计的亚甲蓝活性物质浓度超过表中浓度时,稀释后再进行取样。

7.3 测定

7.3.1 水样中如有悬浮物,应在测定前将水样预先经中速定性滤纸过滤。

7.3.2 将所取试样移入分液漏斗中,用水稀释至约 100 mL,摇匀,按 7.1.2~7.1.5 的步骤操作。从校准曲线上查得直链烷基苯磺酸钠的含量。

注 1:如水相中蓝色变淡或消失,说明水样中亚甲蓝活性物质浓度超过了预计量,以致加入的亚甲蓝全部被反应掉,应弃去试样,再取一份较少量的试样重新测定。

注 2:如水样中阴离子表面活性剂的含量较低,可将萃取用的氯仿总量降至 25 mL。三次萃取用量分别为 10 mL、5 mL 和 5 mL,再用 3 mL~4 mL 氯仿萃取洗涤液。此时检出下限可达到 0.02 mg/L。

注 3:需要快速分析时,可采用一次萃取简化法。一次萃取简化法的萃取效率约为本法萃取效率的 90 %。

8 结果计算

试样中亚甲蓝活性物质(以平均相对分子质量为 344.4 的直链烷基苯磺酸钠计)的含量以质量浓度 ρ 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的直链烷基苯磺酸钠的质量的数值,单位为微克(μg);

V ——试样的体积的数值,单位为毫升(mL)。

9 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应符合表 2 的规定。

表 2

亚甲蓝活性物质的含量/(mg/L)	允许差/(mg/L)
<1.00	<0.02
≥ 1.00	≤ 0.05

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工业循环冷却水中阴离子表面活性剂的
测定 亚甲蓝分光光度法

HG/T 2156—2009

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数7千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0733

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:8.00元

版权所有 违者必究