

ICS 71.040.40
G 76
备案号:41861—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4542—2013

循环冷却水中聚环氧琥珀酸含量测定

Circulating cooling water—Determination of polyepoxysuccinic acid

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位：同济大学、江海环保股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、山东省泰和水处理有限公司、深圳市华测检测有限公司、江苏科利恩净水科技有限公司。

本标准主要起草人：张冰如、徐群、李琳、齐晓婧、郭勇、卢小方、邵宏谦。

循环冷却水中聚环氧琥珀酸含量测定

1 范围

本标准规定了循环冷却水中聚环氧琥珀酸含量的测定方法——氯化频哪氰醇分光光度法。

本标准适用于循环冷却水系统中聚环氧琥珀酸含量为 0.25 mg/L~5 mg/L 的测定,高浓度含量样品的测定可通过适当稀释完成。本标准不适用于含有其它羧酸根离子的循环水系统中聚环氧琥珀酸含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696:1987)

3 方法提要

在含聚环氧琥珀酸的水样中,聚环氧琥珀酸含有的聚羧酸根离子与异染染料氯化频哪氰醇溶液反应,造成氯化频哪氰醇在特定波长处吸光度下降,吸光度下降值和聚羧酸根离子浓度呈线性关系,因此可定量求出水样中聚环氧琥珀酸含量。

4 试剂和材料

4.1 本标准所用试剂和水,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

4.2 聚环氧琥珀酸标准贮备溶液:称取 2.500 g 聚环氧琥珀酸,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液 1 mL 含有 2.500 mg 聚环氧琥珀酸。

4.3 聚环氧琥珀酸标准溶液:移取 10.00 mL 聚环氧琥珀酸标准贮备溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液 1 mL 含有 0.025 mg 聚环氧琥珀酸,现用现配。

4.4 缓冲溶液:称取 10.1 g 乙二胺四乙酸二钠、11 g 磷酸二氢钾,全部溶解于 78.9 g 水中,摇匀。

4.5 氯化频哪氰醇溶液: 1.7×10^{-4} mol/L。称取 0.066 6 g 氯化频哪氰醇,加入 250 mL 甲醇和 750 mL 乙二醇的混合溶液中,充分摇动,置于棕色瓶中,即得 1.7×10^{-4} mol/L 的氯化频哪氰醇溶液,于 4℃ 下保存,有效期一个月。

5 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 1 cm 的石英吸收池。

6 分析步骤

6.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 聚环氧琥珀酸标准溶液置于 50 mL 比色管中,加水至 25 mL。分别加入 1.0 mL 缓冲溶液和 2.50 mL 氯化频哪氰醇溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min。该系列校准溶液的聚环氧琥珀酸含量分别为 0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L、5.00 mg/L。

使用分光光度计,用 1 cm 的吸收池,在波长 600 nm 处,以水为参比,从最高浓度的校准溶液开始,10 min 内测定各校准溶液的吸光度。以聚环氧琥珀酸浓度(mg/L)为横坐标,各校准溶液吸光度扣除

空白吸光度后的差值为纵坐标,绘制校准曲线,并计算出回归方程。

6.2 测定

移取适量水样置于 50 mL 比色管中,加水至 25 mL,加入 1.0 mL 缓冲溶液和 2.50 mL 氯化频哪氰醇溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min。以水为参比,在波长 600 nm 处测定吸光度。同时做空白试验。

7 结果计算

水样中聚环氧琥珀酸含量以质量浓度 ρ 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(1)计算:

$$\rho = \rho_0 \times \frac{50}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_0 ——按回归方程计算出的聚环氧琥珀酸含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

V ——移取水样的体积,单位为毫升(mL)。

8 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的相对偏差不大于 10 %。
