

ICS 13.060.25;71.040.40

G 76

备案号:34594—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2158—2011

代替 HG/T 2158—1991

工业循环冷却水中铵的测定 蒸馏和滴定法

Industrial circulating cooling water—Determination of
ammonium—Distillation and titration method

(neq ISO 5664 : 1984, Water quality—Determination of ammonium—
Distillation and titration method)

2011-12-20 发布

2012-07-01 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。

本标准代替 HG/T 2158—1991《工业循环冷却水中铵的测定 蒸馏和滴定法》。

本标准与 HG/T 2158—1991 相比主要变化如下：

——修改了硼酸-指示剂溶液的配制方法(见 4.9,1991 年版 4.4)。

本标准使用重新起草法参考 ISO 5664 : 1984《水质 铵的测定 蒸馏和滴定法》编制,与 ISO 5664 : 1984 的一致性程度为非等效。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准由广州市特种承压设备检测研究院、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、河南清水源科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、天津正达科技有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人:李茂东、樊大勇、周亚洲、白莹、牟雅丽。

本标准于 1991 年首次发布。

工业循环冷却水中铵的测定 蒸馏和滴定法

1 范围

本标准规定了以蒸馏和滴定法测定工业循环冷却水中铵的含量。

本标准适用于含量为 0.50 mg/L~100.0 mg/L 的工业循环冷却水中铵(以 N 计)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,仅所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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

3 方法提要

将水样的 pH 调至 7.4 左右,加入氧化镁,使水样呈微碱性,加热蒸馏,蒸出的氨收集在含硼酸和甲基红-亚甲基蓝混合指示剂的吸收溶液中,用盐酸标准滴定溶液滴定吸收溶液中铵的量。

4 试剂和材料

4.1 本标准所用试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂。

4.2 试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.3 盐酸溶液:1+99。

4.4 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.5 氧化镁:将氧化镁置于 50 mL 瓷坩埚中,放入高温炉中于 800 ℃下灼烧 2 h,取出,冷却至室温。

4.6 水:水应为不含铵,按下列方法之一制备。

4.6.1 离子交换法:蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂(氢型)柱,将流出水收集在配有密封磨口塞的玻璃瓶中。每升流出水中加入约 10 g 同样的树脂以利于保存。

4.6.2 蒸馏法:加 0.10 mL 硫酸至 1 000 mL 蒸馏水中,在全玻璃装置中再蒸馏。弃去最先蒸出的 50 mL 馏出水,然后将馏出水收集在配有密封磨口塞的玻璃瓶中,每升馏出水中加约 10 g 强酸性阳离子交换树脂(氢型)。

4.7 盐酸标准滴定溶液 I: $c(\text{HCl})$ 约 0.1 mol/L。

4.8 盐酸标准滴定溶液 II: $c(\text{HCl})$ 约 0.02 mol/L。

移取 100.0 mL 盐酸标准滴定溶液 I 于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.9 硼酸-指示剂溶液。

溶液 I:称取 0.20 g 甲基红,溶于 95 mL 乙醇和 5 mL 水中,混匀。

溶液 II:称取 0.20 g 亚甲基蓝,溶于 95 mL 乙醇和 5 mL 水中,混匀。

称取 20 g 硼酸,溶于 30 ℃~40 ℃温水中,冷却至室温后加入 7.0 mL 溶液 I 和 3.5 mL 溶液 II,并用水稀释至 1 000 mL,混匀。

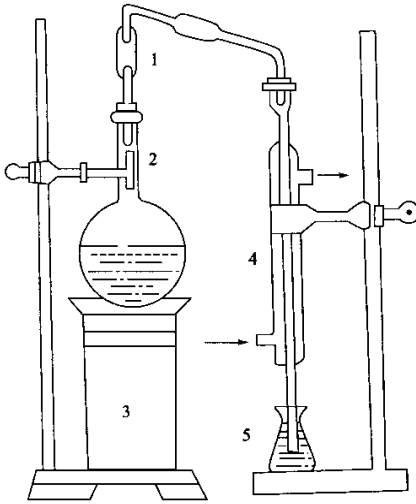
4.10 溴百里酚蓝(溴麝香草酚蓝)溶液:0.5 g/L。

4.11 玻璃球:直径 1 mm~3 mm。

5 仪器、设备

5.1 蒸馏装置:按图 1 将长颈蒸馏圆底烧瓶(500 mL)与双连定氮球和直型冷凝器(长 400 mm)相连,使冷凝器出口能浸入盛有吸收液的锥形瓶中,所有联接处应密封不漏气,然后用电炉(功率为 1 kW)加热。

5.2 高温炉:3 kW。



- 1——双连定氮球;
- 2 长颈圆底烧瓶;
- 3 电炉;
- 4——直型冷凝器;
- 5——锥形瓶。

图 1 铵的蒸馏装置图

6 采样

- 6.1 采样瓶应是带螺纹盖的聚乙烯或玻璃细口瓶。采样瓶用洗涤剂洗净后,再分别用水冲洗。
- 6.2 敞开式循环冷却水系统,通常在进入冷却塔之前的回水管道中采样;直流水系统在出水管处采样;密封闭路系统在低位采样。
- 6.3 为保证采样具有代表性,管道内各处应保持全部充满水。在正式采样之前,先放掉一些,再从有压管道中取出试样来清洗采样瓶,最后将试样充满采样瓶后,将盖子旋紧,样品在 2℃~5℃下可存放约 6 h。

7 分析步骤

7.1 试样体积的选取

若已知试样中铵的大概含量,则可按表 1 选择试样的体积。

表 1 试样体积的选择

铵浓度(以 N 计)/(mg/L)	试样的体积/mL
0~10	250
10~20	100
20~50	50
50~100	25

7.2 蒸馏装置的预清洗

7.2.1 在两次测定之间,当蒸馏完后,移去吸收锥形瓶后,应继续将长颈圆底烧瓶中残留液再蒸馏出 50 mL 左右,才能进行下一个测定;每当装置停止使用一天以上或刚开始使用时应按 7.2.2 手续进行预清洗。

7.2.2 于 500 mL 长颈圆底烧瓶中加入约 350 mL 水,加几粒玻璃球,按图 1 连接蒸馏装置,加热蒸馏到至少有 100 mL 馏出液后,移去锥形瓶,弃去水和圆底烧瓶中的残留液。

7.3 测定

7.3.1 加 50 mL 硼酸-指示剂溶液于蒸馏装置中的 300 mL 锥形瓶中,保证冷凝器的下端低于硼酸溶液的液面。移取适量体积的试样于长颈圆底烧瓶中,加水使长颈圆底烧瓶中溶液总体积达 350 mL。加四滴至五滴溴百里酚蓝指示剂溶液,若溶液呈淡黄色($\text{pH}<6$),滴加氢氧化钠溶液使溶液刚变蓝色($\text{pH}>7.4$);若溶液呈淡蓝色($\text{pH}>7.4$),则滴加盐酸溶液使溶液刚变淡黄色,再用氢氧化钠溶液滴至刚变淡蓝色。

7.3.2 于长颈圆底烧瓶中加入 0.25 g 氧化镁和几粒玻璃球,立即将圆底烧瓶按图 1 连接。

7.3.3 加热蒸馏,使馏出液以约 5 mL/min~10 mL/min 馏出。收集约 200 mL 时,移去锥形瓶,停止蒸馏。

7.3.4 用盐酸标准滴定溶液Ⅱ滴定馏出液至紫色即为终点。记录所消耗的体积。

注:盐酸标准滴定溶液Ⅰ可用于滴定铵含量高的试样的馏出液。

7.4 空白试验

按 7.3 所述步骤进行空白试验,用 250 mL 水代替试样。

8 结果计算

铵(以 N 计)含量以质量浓度 ρ 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho=\frac{(V_1/1\,000-V_0/1\,000)cM}{V}\times10^6\cdots\cdots\cdots(1)$$

式中:

V_1 ——试样所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

V_0 ——空白试验所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升 (mol/L);

M ——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=14.01$);

V ——试样的体积的数值,单位为毫升 (mL)。

注:测定结果可以用氮的质量浓度 $\rho(\text{N})$, 氨的质量浓度 $\rho(\text{NH}_3)$ 或铵离子的浓度 $c(\text{NH}_4^+)$ ($\mu\text{mol/L}$) 表示,它们之间的浓度换算关系参见附录 A。

9 允许差

水中铵的质量浓度 ρ 与重复性 r 之间呈对数方程关系,见式 (2)。

$$\lg r=0.93+0.60\lg\rho\cdots\cdots\cdots(2)$$

水中铵的质量浓度 ρ 与再现性 R 之间呈线性方程关系,见式 (3)。

$$R=0.53+0.023\rho\cdots\cdots\cdots(3)$$

附 录 A
(资料性附录)
铵氮浓度换算表

测定结果可以用氮的质量浓度 $\rho(\text{N})$ ，氨的质量浓度 $\rho(\text{NH}_3)$ 或铵离子的浓度 $c(\text{NH}_4^+)$ ($\mu\text{mol/L}$) 表示，表 A.1 列出了它们之间的换算因数。

表 A.1

项目	氮的质量浓度 $\rho(\text{N})/(\text{mg/L})$	氨的质量浓度 $\rho(\text{NH}_3)/(\text{mg/L})$	铵离子质量浓度 $\rho(\text{NH}_4^+)/(\text{mg/L})$	铵离子微摩尔浓度 $c(\text{NH}_4^+)/(\mu\text{mol/L})$
$\rho(\text{N})=1 \text{ mg/L}$	1	1.216	1.288	71.4
$\rho(\text{NH}_3)=1 \text{ mg/L}$	0.823	1	1.059	58.7
$\rho(\text{NH}_4^+)=1 \text{ mg/L}$	0.777	0.944	1	55.4
$c(\text{NH}_4^+)=1 \mu\text{mol/L}$	0.014	0.017	0.018	1

示例:1 mg/L 铵离子浓度相当于 0.777 mg/L 氮浓度。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工业循环冷却水中铵的测定 蒸馏和滴定法
HG/T 2158—2011
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)
化学工业出版社印刷厂
880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
2012 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷
书号:155025·1132

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:10.00 元

版权所有 违者必究