

ICS 13.060.25;71.040.40

G 76

备案号:34597—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3525—2011

代替 HG/T 3525—2003

工业循环冷却水中铝离子的测定

Industrial circulating cooling water—Determination of aluminium

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 3525—2003《工业循环冷却水中铝离子的测定 邻苯二酚紫分光光度法》，与 HG/T 3525—2003 相比主要技术变化如下：

——增加了试铁灵分光光度法(见第 4 章)；

——增加了“各种元素对试铁灵分光光度法测定铝的影响”(见附录 A)。

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技术委员会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准由中海油天津化工研究设计院、广州市特种承压设备检测研究院、河南清水源科技股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人：李琳、杜玉辉、吕利光、邵宏谦。

本标准于 1985 年首次发布，标准号为 HG/T 5-1593—1985，于 1999 年转化为 HG/T 3525 1985；2003 年第一次修订，标准号为 HG/T 3525—2003；本次为第二次修订。

工业循环冷却水中铝离子的测定

重要提示:本标准所使用的强酸具有腐蚀性,硫酸铍为剧毒品,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。

1 范围

本标准规定了工业循环冷却水中铝离子的测定方法。

本标准中邻苯二酚紫分光光度法适用于工业循环冷却水中铝离子含量为 $2\text{ }\mu\text{g/L}\sim 500\text{ }\mu\text{g/L}$ 的测定,也适用于饮用水、地下水和轻度污染的地表水和海水中的铝离子的测定;试铁灵分光光度法适用于工业循环冷却水中铝离子含量为 $0.02\text{ mg/L}\sim 2.00\text{ mg/L}$ 的测定,也适用于锅炉用水、除盐水、凝结水、炉水、水内冷发电机冷却水等的铝离子的测定。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982)

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)

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

3 邻苯二酚紫分光光度法

3.1 方法提要

在 pH 值为 5.9 ± 0.1 时,铝与邻苯二酚紫反应得到蓝色配合物,在波长 580 nm 处测量其吸光度。

3.2 试剂和材料

3.2.1 本方法所用试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂。

3.2.2 试验中所需杂质标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 之规定制备。

3.2.3 水:GB/T 6682,三级。

3.2.4 硝酸。

3.2.5 硝酸溶液:1+1。

3.2.6 酸化水。

量取 4.0 mL 硝酸,注入 1 000 mL 水中,摇匀。

3.2.7 混合试剂。

量取 1.0 mL 硝酸,注入预先加有约 70 mL 水的塑料烧杯中,加 25.0 g 七水硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),5.0 g 抗坏血酸,0.25 g 1,10-菲啰啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)和 5.0 mL 铝标准溶液,溶解后,稀释至 100 mL。贮存期一个月。

3.2.8 碳酸氢钠溶液:170 g/L。

称取 85 g 碳酸氢钠(NaHCO_3),溶于水,稀释至 500 mL。

3.2.9 六亚甲基四胺缓冲溶液。

称取 210 g 六亚甲基四胺($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$),溶于水,稀释至 500 mL。贮存期两个月。

3.2.10 铝标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mgAl。

3.2.11 铝标准溶液:1 mL 含有 0.01 mgAl。

移取 10.00 mL 铝标准贮备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用酸化水稀释至刻度。

3.2.12 邻苯二酚紫溶液:0.5 g/L。

称取 0.050 g 邻苯二酚紫($C_{19}H_{14}O_7S$),溶于水,稀释至 100 mL。贮存期一个月。

3.3 仪器、设备

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 塑料烧杯:100 mL、200 mL 和 500 mL。

3.3.3 单标线塑料容量瓶:100 mL、200 mL 和 500 mL。

3.3.4 酸度计:分度值为 0.1pH 单位,配有玻璃电极、饱和甘汞电极或复合电极。

注:将实验室塑料器皿和吸收池置于酸化水中进行漂洗并贮存整夜。

3.4 分析步骤

3.4.1 一般规定

依据吸收池光程长度和分光光度计的灵敏度,分析步骤包括两个范围:

样品中含铝量低于 100 $\mu\text{g/L}$ 时,用 50 mm 吸收池(低范围);

样品中含铝量为 100 $\mu\text{g/L}$ ~500 $\mu\text{g/L}$ 时,用 10 mm 吸收池(高范围)。

3.4.2 试液的制备

试样中加少量的硝酸或碳酸氢钠溶液以调节试液的 pH 值为 1.2~1.5(例如每 100 mL 试样中大约加入 0.30 mL 硝酸)。若试样含悬浮物,应在取样前用中速滤纸过滤。试液收集在聚乙烯瓶中。

3.4.3 标准参比溶液的制备

3.4.3.1 高范围标准参比溶液的制备(10 mm 吸收池 500 $\mu\text{g/L}$ 铝)

分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL 铝标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用酸化水稀释至刻度。该系列溶液中分别含有 0 $\mu\text{g/L}$ (空白),100 $\mu\text{g/L}$,200 $\mu\text{g/L}$,300 $\mu\text{g/L}$,400 $\mu\text{g/L}$ 和 500 $\mu\text{g/L}$ 铝。

3.4.3.2 低范围标准参比溶液的制备(50 mm 吸收池 50 $\mu\text{g/L}$ 铝)

分别移取 0 mL(空白),100 μL 、200 μL 、300 μL 、400 μL 和 500 μL 铝标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用酸化水稀释至刻度。该系列溶液中分别含有 0 $\mu\text{g/L}$ (空白)、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、30 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 和 50 $\mu\text{g/L}$ 铝。

3.4.4 显色

分别移取 25.00 mL 标准参比溶液(3.4.3)置于 100 mL 塑料烧杯中。

在各个烧杯中,依次加入下列溶液,每次加入后均摇匀:

1.0 mL 混合试剂;

1.0 mL 邻苯二酚紫溶液;

和 5.0 mL 六亚甲基四胺缓冲溶液。

室温下放置 15 min,60 min 内用分光光度计于 580 nm 处,以酸化水调零测定各个溶液的吸光度。

3.4.5 校准曲线的绘制

以铝的浓度 ρ_{Al} 为横坐标,对应的标准参比溶液的吸光度 A_s 为纵坐标,绘制校准曲线。

3.4.6 测定

移取 25.00 mL 试液(3.4.2),置于 100 mL 烧杯中。如果需要,可用酸化水稀释样品。然后按

3.4.4 进行试验,读取吸光度 A_s 。

3.5 结果计算

样品中铝的含量以质量浓度 ρ_{Al} 计,数值以微克每升($\mu\text{g/L}$)表示,按式(1)计算:

$$\rho_{\text{Al}} = \frac{A_s - A_{s0}}{b} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_s ——试液的吸光度；

A_{s0} ——空白溶液的吸光度；

b ——校准曲线的斜率，单位为升每微克(L/ μ g)。

ρ_{Al} 的误差在校准曲线范围的 $\pm 5\%$ ，即： $50\ \mu\text{g/L}$ 以下范围为 $2\ \mu\text{g/L}$ ； $50\ \mu\text{g/L}$ 到 $200\ \mu\text{g/L}$ 之间的范围为 $5\ \mu\text{g/L}$ ； $500\ \mu\text{g/L}$ 到 $200\ \mu\text{g/L}$ 之间的范围为 $10\ \mu\text{g/L}$ 。

4 试铁灵分光光度法

4.1 方法提要

水样中各种状态的铝，经酸化处理后，可转变成可溶性铝。可溶性铝与试铁灵(7-碘-8-羟基喹啉-5-磺酸)反应，生成稳定的黄色配合物。测定该配合物在 $370\ \text{nm}$ 波长处的吸光度，对水中铝离子含量进行定量。

水样中的铁对测定有干扰。 $1\ \text{mg/L}$ 铁将使铝测量值约增加 $0.01\ \text{mg/L}$ ，所以当铁含量大于 $100\ \mu\text{g/L}$ 时应相应扣除铁在 $370\ \text{nm}$ 处的吸光度。高铁用盐酸羟胺还原成亚铁后，与邻菲罗啉反应生成稳定配合物。从水样在 $370\ \text{nm}$ 波长处的吸光度中扣除水样中铁在 $370\ \text{nm}$ 波长处的吸光度，即得到水样中的铝在该波长下的吸光度。此吸光度可用来对样品的铝含量进行定量。

水样中的氟离子对测定也有干扰。硫酸铍可将氟离子的干扰基本消除。

水样中正磷酸盐及游离氯的含量在 $5\ \text{mg/L}$ 以下对测量无干扰。

水样中其他元素对测定结果的影响参见附录A。

4.2 试剂和材料

4.2.1 本方法所用试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。

4.2.2 试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

4.2.3 水：GB/T 6682，一级。

4.2.4 盐酸溶液(5%)。

4.2.5 盐酸溶液：1+99。

4.2.6 盐酸羟胺-硫酸铍溶液。

称取 $100\ \text{g}$ 盐酸羟胺溶于水中，加入 $40\ \text{mL}$ 盐酸，再加入 $1\ \text{g}$ 硫酸铍，待溶解后稀释至 $1\ 000\ \text{mL}$ ，摇匀，贮于棕色瓶中。

4.2.7 乙酸钠溶液： $275\ \text{g/L}$ 。

称取 $275\ \text{g}$ 乙酸钠，溶于水，稀释至 $1\ 000\ \text{mL}$ 。

4.2.8 铝标准贮备溶液： $1\ \text{mL}$ 含 $0.1\ \text{mgAl}$ 。

4.2.9 铝标准溶液Ⅰ： $1\ \text{mL}$ 含 $10\ \mu\text{gAl}$ 。

移取铝标准贮备溶液 $10.00\ \text{mL}$ ，置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.2.10 铝标准溶液Ⅱ： $1\ \text{mL}$ 含 $1\ \mu\text{gAl}$ 。

移取铝标准溶液Ⅰ $10.00\ \text{mL}$ ，置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.2.11 铁标准贮备溶液： $1\ \text{mL}$ 含 $0.1\ \text{mgFe}$ 。

4.2.12 铁标准溶液： $1\ \text{mL}$ 含 $10\ \mu\text{gFe}$ 。

移取 $10.00\ \text{mL}$ 铁标准贮备溶液，置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.2.13 试铁灵-邻菲罗啉溶液。

称取 $0.5\ \text{g}$ 试铁灵及 $1.0\ \text{g}$ 邻菲罗啉于 $1\ 000\ \text{mL}$ 水中，搅拌，使其尽量溶解。静置至少 $2\ \text{h}$ ，取其上层清液贮于棕色瓶中，避光保存。

4.3 仪器

可见-紫外分光光度计，具 $100\ \text{mm}$ 吸收池。

4.4 分析步骤

4.4.1 铝校准曲线的绘制

4.4.1.1 按表 1 移取一定量的铝标准溶液Ⅱ,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

表 1 铝标准溶液的配制(0 μg/L~50 μg/L)

编 号	1	2	3	4	5	6	7
铝标准溶液Ⅱ加入量 1 mL 含 1 μgAl	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
相当于水样中含铝量/(μg/L)	0	5	10	20	30	40	50

4.4.1.2 按表 2 移取一定量的铝标准溶液Ⅰ,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

表 2 铝标准溶液的配制(100 μg/L~500 μg/L)

编 号	1	2	3	4	5	6	7
铝标准溶液Ⅰ加入量 1 mL 含 10 μgAl	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
相当于水样中含铝量/(μg/L)	0	50	100	200	300	400	500

4.4.1.3 按不同测定范围,从表 1、表 2 的铝标准溶液系列中各移取 50.00 mL 置于烧杯中,按 4.4.3.4~4.4.3.7 所述步骤,在 370 nm 处测定吸光度。

4.4.1.4 以相应的铝的质量浓度为横坐标,测得的吸光度为纵坐标,绘制出 370 nm 波长下的铝校准曲线。

4.4.2 铁校准曲线的绘制

4.4.2.1 按表 3 移取一定量的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

表 3 铁标准溶液的配制(0 μg/L~300 μg/L)

编 号	1	2	3	4	5	6	7
铁标准溶液加入量 1 mL 含 10 μg Fe	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00
相当于水样中含铁量/(μg/L)	0	50	100	150	200	250	300

4.4.2.2 按不同测定范围,从表 3 的铁标准溶液系列中各移取 50.00 mL 置于烧杯中,按 4.4.3.4~4.4.3.7 所述步骤,分别在 370 nm 及 520 nm 处测定吸光度。

4.4.2.3 以相应的铁的质量浓度为横坐标,测得的吸光度为纵坐标,分别绘制出 370 nm 及 520 nm 波长下的铁校准曲线。

4.4.3 水样的测定

4.4.3.1 取样瓶先用盐酸溶液(5%)清洗,再用水洗净后,往取样瓶中加入盐酸(每 500 mL 水样中加盐酸 2 mL),直接取样。取样完毕,应立即将水样摇匀。

4.4.3.2 移取 100.00 mL 水样于烧杯中,加 5 mL 盐酸,在水浴上蒸发至约 5 mL~10 mL,然后加 5 mL 硝酸,继续在水浴上蒸发至干,但不可高温烘烤残渣。

4.4.3.3 将烧杯移出水浴,用 2 mL 盐酸溶液(1+99)湿润残渣,加入少量水使残渣全部溶解,转移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4.4.3.4 移取 50.00 mL 水样(4.4.3.3)于 100 mL 锥形瓶中,加 4 mL 盐酸羟胺-硫酸铍溶液,摇匀,静置 30 min,使三价铁离子完全还原。

4.4.3.5 加入 10 mL 试铁灵-邻菲罗啉溶液,摇匀。

4.4.3.6 加入 4 mL 乙酸钠溶液,摇匀,静置 10 min。

4.4.3.7 将上述溶液在分光光度计上于 370 nm 及 520 nm 处,用 100 mm 的吸收池,以 1 号标准溶液为参比,测定吸光度。

4.5 结果计算

水样中铝的含量以质量浓度 ρ 计,数值以微克每升($\mu\text{g/L}$)表示,按式(2)计算:

$$\rho = \rho_1 - \rho_2 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ_1 ——铝的校准曲线上与 370 nm 处的吸光度相对应的铝的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- ρ_2 ——与 520 nm 处的吸光度相对应的铁的质量浓度换算成铝的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

附 录 A

(资料性附录)

各种元素对试铁灵分光光度法测定铝的影响

A.1 各种元素对铝的测定的影响见表 A.1。

表 A.1

干扰元素	水中干扰元素的含量/(mg/L)	水中 1 mg/L 铝的实际测量值/(mg/L)
Mg	40	1.04
	80	1.09
Zn	5	1.05
Mn	5	1.17
	10	1.28
F	1	0.94
	2	0.90
	3	0.80

中华人民共和国
化工行业标准
工业循环冷却水中铝离子的测定

HG/T 3525—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 $\frac{1}{2}$ 字数13千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1094

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