

ICS 13.060.25;71.040.40

G 76

备案号:34606—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3540—2011

代替 HG/T 3540—1990

工业循环冷却水中总磷酸盐含量的测定

Industrial circulating cooling water—Determination of total phosphate

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 3540—1990《工业循环冷却水中磷含量的测定 钼酸铵分光光度法》，与 HG/T 3540—1990 相比主要技术变化如下：

- 标准名称改为《工业循环冷却水中总磷酸盐含量的测定》；
- 删除了正磷酸盐含量的测定(见 1990 年版的第 2 章)；
- 删除了总无机磷酸盐含量的测定(见 1990 年版的第 3 章)。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 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、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、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、山东省泰和水处理有限公司负责起草。

本标准主要起草人：李琳、秦会敏、黎华、姚志辉、王忠英。

本标准于 1985 年首次发布，标准号为 HG 5-1513—85，HG 5-1514—85，HG 5-1515—85；1990 年第一次修订，标准号为 ZBG76 002—90，于 1999 年转化为 HG/T 3540—1990；本次为第二次修订。

工业循环冷却水中总磷酸盐含量的测定

重要提示:本标准所使用的强酸或强碱具有腐蚀性,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。

1 范围

本标准规定了采用磷钼蓝光度法测定工业循环冷却水中总磷酸盐含量的方法。

本标准适用于工业循环冷却水中总磷酸盐含量在 0.02 mg/L~50 mg/L(以 PO_4^{3-} 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。

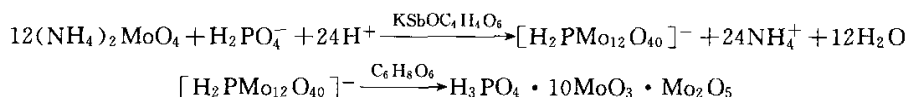
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982)

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 方法提要

在酸性溶液中,用过硫酸钾作分解剂,将聚磷酸盐和有机磷转化为正磷酸盐,正磷酸盐与钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸,再用抗坏血酸还原成磷钼蓝,于 710 nm 最大吸收波长处用分光光度法测定,得出总磷酸盐含量。干扰实验见附录 A。

反应式:



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 试验中所需制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 603 之规定制备。

4.3 水:GB/T 6682,三级。

4.4 硫酸溶液:1+35。

4.5 抗坏血酸溶液:20 g/L。

称取 10 g \pm 0.5 g 抗坏血酸,0.2 g \pm 0.01 g 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 200 mL 水中,加入 8.0 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。贮存期 15 d。

4.6 钼酸铵溶液:26 g/L。

称取 13 g 钼酸铵,精确至 0.5 g,称取 0.5 g 酒石酸锑钾($\text{K}_2\text{SbO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$),精确至 0.01 g,溶于 200 mL 水中,加入 230 mL 硫酸溶液(1+1),冷却后用水稀释至 500 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。贮存期两个月。

4.7 过硫酸钾溶液:40 g/L。

称取 20 g 过硫酸钾,精确至 0.5 g,溶于 500 mL 水中,摇匀,贮存于棕色瓶中。贮存期一个月。

4.8 磷标准贮备溶液:1 mL 含有 0.5 mg PO_4^{3-} 。

称取 0.7165 g 预先在 100℃~105℃干燥至恒重的磷酸二氢钾,精确至 0.2 mg,溶于约 500 mL

水中,定量转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.9 磷标准溶液:1 mL 含有 0.02 mgPO₄³⁻。

移取 20.00 mL 磷标准储备溶液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.10 酚酞指示液:10 g/L。

5 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

现场取约 250 mL 实验室样品,经中速滤纸过滤后贮存于 500 mL 烧杯中,即制成试样(参见附录 B)。

6.2 校准曲线的绘制

分别取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL、8.00 mL 磷标准溶液于 9 个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至约 25 mL。依次加入 2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,室温下放置 10 min。在分光光度计 710 nm 处,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比测其吸光度。以测得的吸光度为纵坐标,相对应的 PO₄³⁻ 质量(μg)为横坐标绘制校准曲线。

6.3 测定

参见附录 C,移取适量体积的试样(6.1)于 100 mL 锥形瓶中,加入 1.0 mL 硫酸溶液,5.0 mL 过硫酸钾溶液,加水至约 25 mL,置于可调电炉上缓缓煮沸 15 min 至溶液快蒸干为止。取下后流水冷却至室温,定量转移至 50 mL 容量瓶中。用水稀释至约 25 mL,加入 2.0 mL 钼酸铵溶液,3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,室温下放置 10 min。在分光光度计 710 nm 处,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比测其吸光度。

7 结果计算

总磷酸盐(以 PO₄³⁻ 计)含量以质量浓度 ρ 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

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

式中:

m 从校准曲线上查得的 PO₄³⁻ 的质量的数值,单位为微克(μg);

V 移取试验溶液体积的数值,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,平行测定结果的允许差应符合表 1 的规定。

表 1 测定结果的允许差

总磷酸盐含量/(mg/L)	允许差/(mg/L)
≤10.00	<0.50
>10.00	<1.00

附 录 A
(资料性附录)
干扰实验

工业循环冷却水中通常存在着一些无机离子和有机物质,如果这些物质在限量之内对 $80\ \mu\text{g}\ \text{PO}_4^{3-}$ 测定所引起的误差在 $\pm 4\ \mu\text{g}$ 范围之内,则认为不干扰总磷酸盐含量的分析。

A.1 无机离子

$500\ \text{mg/L}\ \text{Na}^+、\text{K}^+、\text{NH}_4^+、\text{Ca}^{2+}$; $300\ \text{mg/L}\ \text{Mg}^{2+}$; $100\ \text{mg/L}\ \text{Si}$; $50\ \text{mg/L}\ \text{Zn}^{2+}$; $40\ \text{mg/L}\ \text{Fe}^{3+}$; $20\ \text{mg/L}\ \text{Al}^{3+}、\text{Cu}^{2+}、\text{Co}^{2+}$ 不干扰总磷酸盐含量的分析。 $\text{Cu}^{2+}、\text{Fe}^{3+}、\text{Co}^{2+}$ 由于本身有颜色,含量过高对显色有一定影响,可通过做颜色空白试验扣除干扰。

$100\ \text{mg/L}\ \text{F}^-$; $500\ \text{mg/L}\ \text{Cl}^-$; $500\ \text{mg/L}\ \text{NO}_2^-$; $800\ \text{mg/L}\ \text{HCO}_3^-$; $1\ 000\ \text{mg/L}\ \text{NO}_3^-、\text{SO}_4^{2-}$ 不干扰总磷酸盐含量的分析。 F^- 浓度高于 $200\ \text{mg/L}$ 完全影响显色,亚硝酸盐浓度过高会引起溶液脱色,可适当稀释试验溶液后分析。

A.2 有机物质

一些常用的缓蚀阻垢剂如聚丙烯酸、聚丙烯酸钠、马来酸酐丙烯酸共聚物、苯骈噻唑等含量不高于 $20\ \text{mg/L}$ 不干扰总磷酸盐含量的分析。

附录 B

(资料性附录)

分析过程中应注意的事项

B.1 实验室样品的过滤

应尽可能快地过滤和分析实验室样品,过滤时间不能超过 10 min。如过滤时间过长则滤纸有可能对磷化合物产生吸附,从而不能保证所有的磷化合物从滤纸上滤过。另外,过滤时间过长会造成聚磷化合物的水解。如果实验室样品温度低于室温,则过滤前应使其恢复至室温。过滤时应弃去开始的 10 mL 滤液。

B.2 玻璃器皿的清洗

用于显色过程的玻璃器皿应经常用 80 g/L 的氢氧化钠溶液清洗,以除去有色沉淀物。这些有色沉淀物能在玻璃壁上形成黏膜,从而影响测定准确度。

B.3 吸收池的校正

分析试样前,必须对吸收池进行校正,消除不同吸收池之间的差异。

B.4 有机磷化合物的分解

在大量有机物质存在的情况下,使用过硫酸钾分解效果差,这时应使用硝酸和高氯酸分解有机物。操作如下:准确移取一定体积的试验溶液,加入 2 mL 硝酸、1 mL 高氯酸于可调电炉上加热至不出褐色蒸气并出现白色晶体。冷却后加水微热,直到获得清晰透明的溶液。最后用 80 g/L 的氢氧化钠溶液调整溶液 pH 值为 7~9。

附录 C

(资料性附录)

检测剂量范围的规定

C.1 移取试样的体积见表 C.1。

表 C.1

试样磷含量(以 PO_4^{3-} 计)/(mg/L)	移取试验溶液的体积/mL	吸收池厚度/cm
0~5.0	12~40	1
5.0~10.0	6~12	1
10.0~20.0	3~6	1
20.0~30.0	2~3	1

如遇到含 PO_4^{3-} 高于 30 mg/L 的试验溶液,可通过稀释该试验溶液后再进行测定。

中华人民共和国
化工行业标准
工业循环冷却水中总磷酸盐含量的测定

HG/T 3540 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 11 千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1096

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