

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3525—2003/ISO 10566 : 1994
代替 HG/T 3525—1985

工业循环冷却水中铝离子的测定 邻苯二酚紫分光光度法

Industrial circulating cooling water—Determination of aluminium—Spectrometric
method using pyrocatechol violet

(ISO 10566 : 1994, Water quality—Determination of aluminium—Spectrometric
method using pyrocatechol violet, IDT)

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 10566—1994《水质——铝的测定——邻苯二酚紫分光光度法》(英文版)。对推荐性化工行业标准 HG/T 3525—1985《工业循环冷却水中铝离子的测定 邻苯二酚紫分光光度法》修订而成。

本标准与 HG/T 3525—1985 相比主要变化如下：

——测定方法由 8-羟基喹啉分光光度法改为邻苯二酚紫分光光度法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3525—1985。

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归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李琳、邵宏谦、朱传俊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——HG/T 5—1593—1985,于 1999 年转化为 HG/T 3525—1985。

工业循环冷却水中铝离子的测定 邻苯二酚紫分光光度法

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——邻苯二酚紫分光光度法。

本标准适用于工业循环冷却水中铝离子含量在 $2\ \mu\text{g/L}$ ~ $500\ \mu\text{g/L}$ 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。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 原理

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

4 试剂和材料

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

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。

4.1 水:GB/T 6682,三级。

4.2 硝酸。

4.3 硝酸溶液:1+1。

4.4 酸化水。

加 4.0 mL 硝酸到 1 000 mL 水中。

4.5 混合试剂。

取 1.0 mL 硝酸放入一个 200 mL 塑料烧杯中,加入约 70 mL 水。在上述溶液中,加入 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。然后转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

溶液的有效期为一个月。

4.6 邻苯二酚紫溶液:0.5 g/L。

精确称取 0.050 g 邻苯二酚紫($\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_7\text{S}$)溶解于约 20 mL 水中,再转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

溶液的有效期为一个月。

4.7 六次甲基四胺缓冲溶液。

溶解 210 g 六次甲基四胺($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$)在约 200 mL 水中。然后转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

溶液的有效期为两个月。

4.8 碳酸氢钠溶液:170 g/L。

称 85 g 碳酸氢钠(NaHCO_3)溶解于约 400 mL 水中,然后转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度。

4.9 铝标准储备溶液:1 000 mg/L。

称取 100 mg 高纯铝(精确至 ± 0.5 mg)。加入少量水和 1 mL 硝酸溶液(4.3),使铝溶解在 100 mL 容量瓶中,等溶解完全,用水稀释到刻度。

4.10 铝标准溶液:10 mg/L。

移取 1.00 mL 铝储备溶液置于 100 mL 容量瓶中,然后用酸化水稀释到刻度。

5 仪器、设备

一般实验室用仪器和

5.1 分光光度计:可在波长 580 nm 处操作,配备 10 mm 和 50 mm 光程的比色皿。

在适当的校准范围内,也可以使用其他光程长度的比色皿。

5.2 塑料烧杯:100 mL、200 mL 和 500 mL。

5.3 单标线塑料容量瓶:100 mL、200 mL、和 500 mL。

5.4 pH 计。

5.5 微量移液管。

注:将实验室塑料器皿和比色皿在酸化水中进行漂洗并贮存整夜。不要使用洗涤剂或铬酸。

6 分析步骤

依据比色皿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 比色皿(低范围)。

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

6.1 试样的制备

在试样中加少量的硝酸或碳酸氢钠溶液以调节试样的 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。试样收集在聚乙烯瓶中。

6.2 标准参比溶液的制备

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

分别移取 0 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,用酸化水稀释到刻度。这些溶液中分别含有 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。

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

分别移取 0 μL (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,用酸化水稀释到刻度。这些溶液中分别含有 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。

6.3 显色

分别吸取 25.00 mL 标准参比溶液(6.2)置于 100 mL 塑料烧杯中。

在各个烧杯中,以下列顺序加入,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 六次甲基四胺缓冲溶液。

然后在放置 15 min 后于 60 min 内用分光光度计在波长 580 nm 处测定各个溶液的吸光值,并以酸化水为参比。

6.4 校准曲线的绘制

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

6.5 测定

吸取 25 mL 试样(6.1), 置于 100 mL 烧杯中。如果需要, 可用酸化水稀释样品。然后按 6.3 进行试验, 读取吸光值 A_s 。

7 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:

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

式中:

A_s ——水样的吸光值;

A_{s0} ——空白的吸光值;

f ——校准曲线的斜率。

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