

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中钙、镁离子的测定

EDTA 滴定法

GB/T 15452-95

Industrial circulating cooling water
—Determination of calcium and magnesium
—EDTA titration method

本标准参照采用国际标准 ISO 6058《水质——钙含量的测定——EDTA 滴定法》及 ISO 6059《水质——钙、镁含量的测定——EDTA 滴定法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水中钙、镁离子含量的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中钙含量在 2~200 mg/L, 镁含量在 2~200 mg/L 的测定, 也适用于其他工业用水及生活用水中钙、镁离子含量的测定。

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 方法提要

钙离子测定是在 pH 为 12~13 时, 以钙-羧酸为指示剂, 用 EDTA 标准滴定溶液测定水样中的钙离子含量。滴定时 EDTA 与溶液中游离的钙离子仅应形成络合物, 溶液颜色变化由紫红色变为亮蓝色时即为终点;

镁离子测定是在 pH 为 10 时, 以铬黑 T 为指示剂用 EDTA 标准滴定溶液测定钙、镁离子含量, 溶液颜色由紫红色变为纯蓝色时即为终点, 由钙镁含量中减去钙离子含量即为镁离子含量。

4 试剂与材料

分析方法中除特殊规定外, 只应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规定;

分析方法中所需标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他规定时, 均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.1 硫酸(GB 625): 1+1 溶液。

4.2 过硫酸钾(GB 641): 40 g/L 溶液, 贮存于棕色瓶中(有效期 1 个月)。

4.3 三乙醇胺: 1+2 水溶液。

4.4 氢氧化钾(GB 629): 200 g/L 溶液。

4.5 钙-羧酸指示剂: 0.2 g 钙-羧酸指示剂[2-羟基-1-(2-羟基-4-磺基-1-萘偶氮)-3-萘甲酸]与 100 g 氯化钾(GB 646)混合研磨均匀, 贮存于磨口瓶中。

国家技术监督局 1995-01-12 批准

1995-10-01 实施

4.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.7 氨-氯化铵缓冲溶液: $\text{pH}=10$ 。

4.8 铬黑 T 指示液:溶解 0.50 g 铬黑 T 即[1-(1-羟基-2-萘偶氮-6-硝基-萘酚-4-磺酸钠)]于 85 mL 三乙醇胺中,再加入 15 mL 乙醇(GB 679)。

5 分析步骤

5.1 钙离子的测定

用移液管吸取 50 mL 水样于 250 mL 锥形瓶中,加 1 mL 硫酸溶液(4.1)和 5 mL 过硫酸钾溶液(4.2)加热煮沸至近干,取下冷却至室温加 50 mL 水,3 mL 三乙醇胺(4.3)、7 mL 氢氧化钾溶液(4.4)和约 0.2 g 钙-羧酸指示剂(4.5),用 EDTA 标准滴定溶液(4.6)滴定,近终点时速度要缓慢,当溶液颜色由紫红色变为亮蓝色时即为终点。

5.2 镁离子的测定

用移液管吸取 50 mL 水样于 250 mL 锥形瓶中,加 1 mL 硫酸溶液和 5 mL 过硫酸钾溶液,加热煮沸至近干,取下冷却至室温,加 50 mL 水和 3 mL 三乙醇胺溶液,用氢氧化钾溶液调节 pH 近中性,再加 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.7)和三滴铬黑 T 指示液(4.8),用 EDTA 标准滴定溶液滴定,近终点时速度要缓慢,当溶液颜色由紫红色变为纯蓝色时即为终点。

注:① 原水中钙、镁离子含量的测定不用加硫酸及过硫酸钾加热煮沸。

② 三乙醇胺用于消除铁、铝离子对测定的干扰,原水中钙、镁离子测定不加入。

③ 过硫酸钾用于氧化有机磷系药剂以消除对测定的干扰。

6 分析结果的表述

6.1 以 mg/L 表示的水样中钙离子含量(x_1)按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{c \cdot V_1 \times 0.04008}{V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——滴定钙离子时,消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——所取水样的体积, mL;

0.04008——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的钙的质量。

6.2 以 mg/L 表示的水样中镁离子含量(x_2)按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{c \cdot (V_2 - V_1) \times 0.02431}{V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_2 ——滴定钙、镁含量时,消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定钙离子含量时,消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——所取水样的体积, mL;

0.02431——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的镁的质量。

7 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不大于 0.4 mg/L。

GB/T 15452—95

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部天津化工研究院归口。

本标准由化工部天津化工研究院负责起草。

本标准主要起草人邵宏谦、邵维仁、米传俊、张彦莉、周伟生。

自本标准发布之日起,原化学工业部部标准 HG 5—1506—85《工业循环冷却水中钙离子测定方法》、HG 5—1507—85《工业循环冷却水中镁离子测定方法》作废。