

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中氯离子的测定 硝酸银滴定法

GB/T 15453—95

Industrial circulating cooling water—Determination
of chloride—Silver nitrate titration method

本标准参照采用国际标准 ISO 9297《水质——氯的测定——用铬酸盐做指示剂硝酸银滴定法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水中氯离子的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中 5~150 mg/L 氯离子含量的直接滴定。

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

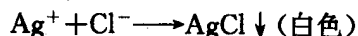
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

本方法以铬酸钾为指示剂,在 pH 值为 5~9 的范围内用硝酸银标准滴定溶液直接滴定。硝酸银与氯化物作用生成白色氯化银沉淀,当有过量的硝酸银存在时,则与铬酸钾指示剂反应,生成砖红色铬酸银,表示反应达到终点。

反应式为:



4 试剂和材料

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 中三级水的规格。

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 硝酸银(GB 12595)标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.01410 \text{ mol/L}$ 。称取 $24.000 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g}$ 预先在 $280 \sim 290^\circ\text{C}$ 干燥并已恒重过的硝酸银(GB 12595),溶于约 500 mL 水中,定量转移至 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,置于暗处。

4.2 铬酸钾(HG/T 3—918)指示剂:50 g/L 溶液。

4.3 硝酸(GB/T 626):1+300 溶液。

4.4 氢氧化钠(GB/T 629):2 g/L 溶液。

4.5 酚酞(GB/T 10729)指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

5 分析步骤

用移液管移取 100 mL 水样于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 滴酚酞指示剂溶液(4.5),用氢氧化钠溶液(4.4)和硝酸溶液(4.3)调节水样的 pH 值,使红色刚好变为无色。

加入 1.0 mL 铬酸钾指示剂溶液(4.2),在不断摇动情况下,用硝酸银标准滴定溶液(4.1)滴定,直至出现砖红色为止。记下消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积(V_1)。同时做空白试验,记下消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积(V_0)。

6 分析结果的表述

以 mg/L 表示的氯离子含量 x_1 按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.03545}{V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——滴定水样试验消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验时消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V ——水样的体积, mL;

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度, mol/L;

0.03545——与 1.00 mL AgNO_3 标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的氯的质量。

7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.75 mg/L。

附录 A

干扰试验

(补充件)

工业循环冷却水中有一部分无机离子和有机物质对氯离子的测定产生干扰。

A1 无机离子

形成不溶性银盐的化合物 PO_4^{3-} 60 mg/L、 SO_4^{2-} 150 mg/L 以下对本法不产生干扰。 NH_4^+ 20 mg/L、六偏磷酸钠 30 mg/L、三聚磷酸钠 10 mg/L 以下对本法不产生干扰。

A2 有机物质

一些常用的水处理药剂如 HEDP 5.5 mg/L、ATMP 10 mg/L、聚羧酸高分子物质 5.5 mg/L 以下不干扰测定。多元醇磷酸酯、EDTMP、有机胺等物质对本法有干扰。

如果水样中含有季胺盐,则加入 7 g/L 四苯硼钠溶液 2 mL,摇匀,静置 20 min 待测。

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。

本标准主要起草人周伟生、朱传俊、张彦莉、邵宏谦、兰成君。

自本标准实施之日起,原化学工业部部标准 HG 5—1505—85《工业循环冷却水中氯离子测定方法》作废。