

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中溶解氧的测定

碘 量 法

GB/T 15455—95

Industrial circulating cooling water—Determination
of dissolved oxygen—Iodimetry

本标准参照采用国际标准 ISO 5813—1983《水质——溶解氧的测定——碘量法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水中溶解氧浓度的测量方法。

本标准适用于工业循环水中溶解氧浓度为 0.2~8 mg/L(以 O₂ 计)的测定。

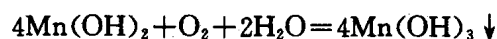
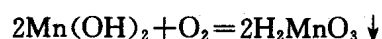
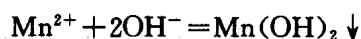
2 引用标准

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

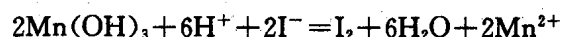
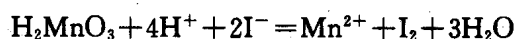
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

溶解氧的测定采用锰盐-碘量法,其原理是:在碱性溶液中,二价锰离子被水溶解的氧氧化成三价或四价的锰。可将溶解氧固定:



然后酸化溶液,再加入碘化钾,三价或四价锰又被还原为二价锰离子,并生成与溶解氧相等物质量的碘。



用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定所生成的碘,便可求得水中的溶解氧。

4 试剂和材料

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

分析中所需标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 之规定制备。

4.1 硫酸(GB/T 625):1+1 溶液。

4.2 硫酸(GB/T 625):1+17 溶液。

4.3 硫酸锰(HG/T 3—1081)溶液:340 g/L。

称取 34 g 硫酸锰,加 1 mL 硫酸溶液(4.1),溶解后,用水稀释至 100 mL,若溶液不清,则需过滤。

4.4 碱性碘化钾混合液:

称取 30 g 氢氧化钠(GB/T 629)、20 g 碘化钾(GB/T 1272)溶于 100 mL 水,摇匀。

4.5 淀粉溶液:10 g/L,新鲜配制。

4.6 碘酸钾(GB/T 651)标准溶液: $c(1/6\text{KIO}_3)=0.010\,00\text{ mol/L}$ 。

称取于180℃下干燥的碘酸钾3.567 g,准确至0.002 g,并溶于水中,转移至1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

吸取100.0 mL至1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01\text{ mol/L}$ 。

4.7.1 溶解2.50 g硫代硫酸钠(GB/T 637)于新煮沸且冷却的水中,加入0.4 g氢氧化钠(GB/T 629),用水稀释至1 000 mL。贮于棕色玻璃瓶。放置15~20 d后标定。

4.7.2 标定:移取25.00 mL稀释的碘酸钾溶液(4.6)于锥形瓶中,加入100 mL左右的水、0.5 g碘化钾、5 mL硫酸溶液(4.2)。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.6)滴定。当出现淡黄色时加入淀粉指示剂(4.5)。滴定至蓝色完全消失。计算硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度。

4.8 高锰酸钾(GB/T 643)溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.01\text{ mol/L}$ 。

4.9 硫酸钾铝(GB/T 1275)溶液:100 g/L。

4.10 取样瓶:两只具塞玻璃瓶,测出具塞时所装水的体积。一瓶称之为A,另一瓶为B。体积要求为200~500 mL。

5 分析步骤

5.1 取样

将洗净的取样瓶A、B(4.10),同时置于洗净的取样桶中,取样桶至少要比取样瓶高15 cm以上。两根洗净的聚乙烯塑料管或惰性材质管分别插到A、B取样瓶底,用虹吸或其他方法同时将水样通过导管引入A、B取样瓶,流速最好为700 mL/min左右。并使水自然从A、B两瓶中溢出至桶内,直到取样桶中的水平面高出A、B取样瓶口15 cm以上为止。

5.2 水样的预处理

若水样中有能固定氧或消耗氧的悬浮物质,可用硫酸钾铝溶液(4.9)絮凝:用待测水样充满1 000 mL带塞瓶中并使水溢出(如5.1条取样过程)。移20 mL的硫酸钾铝溶液(4.9)和4 mL氨水(GB 631)于待测水样中。加塞,混匀,静置沉淀。将上层清液吸至细口瓶中,再按测定步骤进行分析。

5.3 固定氧和酸化

用一根细长的玻璃管吸1 mL左右的硫酸锰溶液(4.3)。将玻璃管插入A瓶的中部,放入硫酸锰溶液。然后再用同样的方法加入5 mL碱性碘化钾混合液(4.4)。2.00 mL高锰酸钾标准溶液(4.8),将A瓶置于取样桶水层下,待A瓶中沉淀后,于水下打开瓶塞,再在A瓶中加入5 mL硫酸溶液(4.1),盖紧瓶塞,取出摇匀。在B瓶中首先加入5 mL硫酸溶液(4.1),然后在加入硫酸的同一位置再加入1 mL左右的硫酸锰溶液(4.3),5 mL碱性碘化钾混合液(4.4),2.00 mL高锰酸钾标准溶液(4.8)。不得有沉淀产生。否则,重新测试。盖紧瓶塞,取出,摇匀,将B瓶置于取样桶水层下。

5.4 测定

将A、B瓶中溶液分别倒入2只600 mL或1 000 mL烧杯中,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.7)滴至淡黄色,加入1 mL淀粉溶液(4.5)继续滴定,溶液由蓝色变无色,用被滴定溶液冲洗原A、B瓶,继续滴至无色为终点。

6 分析结果的表述

6.1 以mg/L表示的水样中溶解氧的含量(以 O_2 计) x_1 按式(1)计算:

$$x_1 = \left(\frac{0.008 \times V_1 \cdot c}{V_A - V_A'} - \frac{0.008 \times V_2 \cdot c}{V_B - V_B'} \right) \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——滴定 A 瓶水样消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_A ——A 瓶的容积, mL;

V'_A ——A 瓶中所加硫酸锰溶液、碱性碘化钾混合液、硫酸以及高锰酸钾溶液的体积之和, mL;

V_B ——B 瓶的容积, mL;

V_2 ——滴定 B 瓶水样消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V'_B ——B 瓶中所加硫酸锰溶液、碱性碘化钾混合液、硫酸以及高锰酸钾溶液的体积之和, mL;

0.008——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的氧的质量。

6.2 若水样进行了预处理, 以 mg/L 表示的水样中溶解氧的含量(以 O_2 计) x_2 按式(2)计算:

$$x_2 = \left(\frac{V}{V - V'} \right) \times x_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——5.2 条中 1 000 mL 带塞瓶的真实容积, mL;

V' ——硫酸钾铝溶液和氨水体积, mL;

x_1 ——由式(1)计算所得的值, mg/L。

7 允许差

平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 平行测定结果的相对偏差不大于 2%。

各实验室间测定结果的相对偏差不大于 3%。

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技术归口。

本标准由南京化工学院负责起草。

本标准主要起草人俞斌、俞明华。