



中华人民共和国国家标准

GB/T 15453—2008

代替 GB/T 15453—1995, GB/T 6905.1~6905.2—1986, GB/T 6905.4—1993

工业循环冷却水和 锅炉用水中氯离子的测定

Water for industrial circulating cooling system and
boiler—Determination of chloride

2008-04-01 发布

2008-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 循 环 冷 却 水 和
锅 炉 用 水 中 氯 离 子 的 测 定
GB/T 15453—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31647 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准同时代替 GB/T 6905.1—1986《锅炉用水和冷却水分析方法 氯化物的测定 摩尔法》、GB/T 6905.2—1986《锅炉用水和冷却水分析方法 氯化物的测定 电位滴定法》、GB/T 6905.4—1993《锅炉用水和冷却水分析方法 氯化物的测定 共沉淀富集分光光度法》和 GB/T 15453—1995《工业循环冷却水中氯离子的测定 硝酸银滴定法》。

本标准将 GB/T 6905.1—1986、GB/T 6905.2—1986、GB/T 6905.4—1993 和 GB/T 15453—1995 进行了合并。

本标准与 GB/T 6905.1—1986、GB/T 6905.2—1986、GB/T 6905.4—1993 和 GB/T 15453—1995 相比在技术内容上并无差异,只是根据 GB/T 1.1—2000 的有关规定进行了编写。

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(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:白莹、李琳、邵宏谦。

本标准所代替标准的版本发布情况为:

——GB/T 6905.1—1986;

——GB/T 6905.2—1986;

——GB/T 6905.4—1993;

——GB/T 15453—1995。

**美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



工业循环冷却水和锅炉用水中氯离子的测定

1 范围

本标准规定了工业循环冷却水和锅炉用水中氯离子含量的测定方法。

本标准中摩尔法和电位滴定法适用于天然水、循环冷却水、以软化水为补给水的锅炉炉水中氯离子含量的测定,测定范围为 5 mg/L~150 mg/L;共沉淀富集分光光度法适用于除盐水、锅炉给水中氯离子含量的测定,测定范围为 10 μg/L~100 μg/L。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
 GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
 GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

3 摩尔法

3.1 原理

本方法以铬酸钾为指示剂,在 pH 为 5~9.5 的范围内用硝酸银标准滴定溶液滴定。硝酸银与氯化物作用生成白色氯化银沉淀,当有过量硝酸银存在时,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:



3.2 试剂和材料

本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

- 3.2.1 硝酸溶液:1+300。
 3.2.2 氢氧化钠溶液:2 g/L。
 3.2.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.01 mol/L。
 3.2.4 铬酸钾指示剂:50 g/L。
 3.2.5 酚酞指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

3.3 分析步骤

移取适量体积的水样于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节水样的 pH,使红色刚好变为无色。

加入 1.0 mL 铬酸钾指示剂,在不断摇动情况下,最好在白色背景条件下用硝酸银标准滴定溶液滴定,直至出现砖红色为止。同时作空白试验。

3.4 结果计算

氯离子含量以质量浓度 ρ_1 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM}{1\ 000\ V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V_1 ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——试样体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

3.5 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 0.5 mg/L。

4 电位滴定法

4.1 原理

以双液型饱和甘汞电极为参比电极,以银电极为指示电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定至出现电位突跃点(即理论终点),即可从消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积算出氯离子含量。溴、碘、硫等离子存在干扰。

4.2 试剂和材料

本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

- 4.2.1 硝酸溶液:同 3.2.1。
- 4.2.2 氢氧化钠溶液:同 3.2.2。
- 4.2.3 硝酸银标准滴定溶液:同 3.2.3。
- 4.2.4 酚酞指示剂:同 3.2.5。

4.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和下列仪器。

- 4.3.1 电位滴定计。
- 4.3.2 双液型饱和甘汞电极。
- 4.3.3 银电极。

4.4 分析步骤

移取适量体积的水样于 250 mL 烧杯中,加入 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节水样的 pH 值,使红色刚好变为无色。放入搅拌子,将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器,开动搅拌器,将电极插入烧杯中,用硝酸银标准滴定溶液滴定至终点电位(在电位突跃点附近,应放慢滴定速度)。同时做空白试验。

4.5 结果计算

氯离子含量以质量浓度 ρ_2 计,数值以 mg/L 表示,按式(2)计算:

$$\rho_2 = \frac{(V_1 - V_0)cM}{1\ 000\ V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V_1 ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试样体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

4.6 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 0.5 mg/L。

5 共沉淀富集分光光度法

5.1 原理

本方法基于磷酸铅沉淀做载体,共沉淀富集痕量氯化物,经高速离心机分离后,以硝酸铁-高氯酸溶液完全溶解沉淀,加硫氰酸汞-甲醇溶液显色,用分光光度法间接测定水中痕量氯化物。

5.2 试剂和材料

本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂。

试验中所需杂质标准溶液,在没有注明其他要求时,按 GB/T 602 之规定制备。

5.2.1 无氯水

经阳离子交换柱,阴离子交换柱和阴、阳离子混合柱除盐水,再经二次蒸馏制得。

5.2.2 硝酸铅溶液:20 g/L。

称取 10 g 硝酸铅溶于 500 mL 无氯水中。

5.2.3 磷酸氢二钠-磷酸二氢钾混合溶液

称取 10.7 g 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)和 8.2 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4),溶解于无氯水中并稀释至 500 mL。

5.2.4 硫氰酸汞-甲醇溶液:2 g/L。

称取 0.2 g 硫氰酸汞溶解于 100 mL 甲醇中,盛于棕色试剂瓶中保存。放置 24 h 澄清后使用。

5.2.5 硝酸铁-高氯酸溶液

称取 12.0 g 硝酸铁 $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$,用 43 mL 高氯酸及适量无氯水溶解,再以无氯水稀释至 1 000 mL。

5.2.6 氯化物(Cl^-)标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

5.2.7 氯化物(Cl^-)标准溶液:10 μg /mL。

移取 10 mL 氯化物标准贮备溶液至 100 mL 容量瓶,用无氯水稀释至刻度。此溶液含 Cl^- 10 μg /mL。

5.3 仪器和设备

一般实验室仪器和下列仪器。

5.3.1 分光光度计。

5.3.2 高速离心机:转速 $>5\ 000$ r/min,配有 250 mL 聚乙烯离心管。

注:所有玻璃器皿、聚乙烯离心管、取样瓶等均应浸泡在 10%硝酸溶液中,使用前再用无氯水冲洗干净。

5.4 分析步骤

5.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0 mL(空白)、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 氯化物标准溶液注入 250 mL 聚乙烯离心管中,用无氯水稀释至约 200 mL,相应的 Cl^- 含量分别为 0 μg 、2.0 μg 、4.0 μg 、6.0 μg 、10.0 μg 、15.0 μg 和 20.0 μg 。然后按 5.4.2.1~5.4.2.3 条步骤进行测量其吸光度。

以 Cl^- 含量为横坐标,相对应测得的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.4.2 水样的测定

5.4.2.1 移取 200 mL 水样置于 250 mL 聚乙烯离心管中,加入 4 mL 硝酸铅溶液,摇匀。加入 4 mL 磷酸氢二钠-磷酸二氢钾混合溶液,充分摇匀,静置 5 min。

GB/T 15453—2008

5.4.2.2 把离心管置于离心机管座内,以 5 000 r/min 的转速离心 5 min,倾尽离心清液,让沉淀物留在离心管内。往离心管内加硝酸铁-高氯酸溶液 10 mL,使沉淀物完全溶解。

5.4.2.3 加入 1 mL 硫氰酸汞-甲醇溶液。显色 5 min 后,在 460 nm 波长下,用 30 mm 吸收池,以无氯水为空白,测量其吸光度。从校准曲线查出对应的氯化物含量(以 Cl^- 计)。

5.5 结果计算

氯化物含量(以 Cl^- 计)以质量浓度 ρ_3 计,数值以微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$)表示,按式(3)计算:

$$\rho_3 = \frac{m}{V} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m ——从校准曲线上查出的氯化物含量(以 Cl^- 计)的数值,单位为微克(μg);

V ——水样的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.6 允许差

水样中氯化物在不同含量范围时的允许差,如表 1 所示。

表 1 氯化物含量范围与允许差

单位为微克每升

氯化物含量(ρ)	允许差
$\rho \leq 10.0$	<6.2
$10.0 < \rho \leq 20.0$	<6.4
$20.0 < \rho \leq 30.0$	<6.6
$30.0 < \rho \leq 50.0$	<7.2
$50.0 < \rho \leq 100.0$	<8.4

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



GB/T 15453-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31647

定价: 10.00 元