



中华人民共和国国家标准

GB/T 25836—2010

微量硬度快速测定方法

Rapid determination method of micro-hardness

2010-12-23 发布

2011-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国电力企业联合会提出并归口。

本标准负责起草单位：西安热工研究院有限公司、华北电力科学研究院有限责任公司。

本标准主要起草人：黄善锋、王应高、田利、龚丽华、史庆琳、孙巍伟、王广珠。

微量硬度快速测定方法

1 范围

本标准规定了软化水、H型阳离子交换器出水、锅炉给水、凝结水等水样中微量硬度的测定方法。

本标准适用于水样中硬度(以 $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$ 和 $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$ 计)为 $0.5\ \mu\text{mol/L}$ ~ $200\ \mu\text{mol/L}$ 含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则

GB/T 6907 锅炉用水和冷却水分析方法 水样的采集方法

3 方法概要

在pH为 10.0 ± 0.1 的水溶液中,加入微量硬度指示剂¹⁾,用乙二胺四乙酸二钠盐(简称EDTA)标准滴定溶液滴定至蓝色为终点。根据消耗EDTA标准滴定溶液的体积,即可计算出水样硬度值。

水样中铁含量小于 $1.0\ \text{mg/L}$ 、铜含量小于 $0.05\ \text{mg/L}$ 对测定无干扰。当水样中铁含量大于 $1.0\ \text{mg/L}$ 、铜含量大于 $0.05\ \text{mg/L}$,可在加指示剂前用 $2\ \text{mL}$ 的L-半胱氨酸盐酸盐溶液($10\ \text{g/L}$)和 $2\ \text{mL}$ 三乙醇胺溶液(1+4)进行联合掩蔽消除干扰。

4 试剂与仪器

4.1 试剂纯度应符合GB/T 6903规定。

4.2 试剂水:应符合GB/T 6903规定的Ⅱ级试剂水。

4.3 滴定管:当水中硬度含量小于 $50.0\ \mu\text{mol/L}$ 时采用最小分刻度不大于 $0.05\ \text{mL}$ 的微量滴定管;当水中硬度含量大于或等于 $50.0\ \mu\text{mol/L}$ 时采用最小分刻度为 $0.1\ \text{mL}$ 的滴定管。

4.4 氢氧化钠溶液($40\ \text{g/L}$)。

4.5 盐酸溶液(1+4)。

4.6 硼砂缓冲溶液:称取 $40\ \text{g}$ 硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$),加入 $10\ \text{g}$ 氢氧化钠,溶于试剂水中,稀释至 $1\ \text{L}$ 。贮于塑料瓶中。

4.7 钙标准溶液[$c_1=0.1000\ \text{mmol/L}$]:准确称取于 $110\ ^\circ\text{C}$ 下烘 $2\ \text{h}$ 并在干燥器中冷却的基准碳酸钙(CaCO_3) $1.0009\ \text{g}$,溶于 $15\ \text{mL}$ 盐酸溶液(4.5)并定量转移至 $1\ \text{L}$ 容量瓶中,用试剂水稀释至刻度。再吸取此标准溶液 $10.00\ \text{mL}$ 至 $1\ \text{L}$ 容量瓶中,混匀,并用试剂水稀释至刻度。

4.8 微量硬度指示剂溶液:称取微量硬度指示剂 $2.0\ \text{g}$,加入 $5\ \text{mL}$ 试剂水搅匀,再加入 $80\ \text{mL}$ 三乙醇胺和 $15\ \text{mL}$ 无水乙醇,搅拌均匀,贮于棕色瓶中。有效期 ≤ 30 天。

4.9 EDTA标准滴定溶液[$c(\text{EDTA})=0.5\ \text{mmol/L}$]的配制和标定

1) 微量硬度指示剂是由西安热工研究院有限公司提供的产品的商品名。

4.9.1 EDTA 标准滴定溶液的配制:称取 4.0 g EDTA(C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂ · 2H₂O)溶解于一定量试剂水中,并用试剂水稀释至 1 L,混匀。吸取此溶液 50 mL,稀释至 1 L,混匀,贮存于塑料瓶中。

4.9.2 EDTA 标准滴定溶液的标定:吸取 20.00 mL 钙标准溶液放入 250 mL 锥形瓶中,加入 80 mL 试剂水,按分析步骤 5.3~5.5 标定。EDTA 标准滴定溶液的浓度(c₂)按式(1)计算:

$$c_2 = \frac{20.00 \times c_1}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c₂ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,mmol/L;
- c₁ ——钙标准溶液浓度,mmol/L;
- 20.00 ——吸取钙标准溶液的体积,mL;
- V₁ ——标定消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;
- V₀ ——空白消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL。

5 分析步骤

5.1 按 GB/T 6907 规定的方法采集水样。

5.2 量取水样 100 mL(V₁)放入 250 mL 锥形瓶中。

注:水样酸性或碱性很高时,用氢氧化钠溶液(4.4)或盐酸溶液(4.5)调节试样的 pH 值为 7~10。

5.3 加入 1 mL 硼砂缓冲溶液和(1~2)滴微量硬度指示剂溶液,摇匀。

5.4 用 EDTA 标准滴定溶液滴定,溶液由红色变为蓝色即为终点,记录消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积(V₂)。从加入缓冲溶液到滴定完成应不超过 5 min,水样温度应不低于 15 ℃。

5.5 另量取 100 mL 试剂水,按 5.3 和 5.4 的操作步骤测定空白,记录消耗 EDTA 标准滴定溶液体积(V₃)。

6 结果表述

水样中硬度按式(2)计算:

$$H = \frac{(V_2 - V_3) \times c_2 \times 2}{V} \times 1\,000 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- H ——水样中硬度,μmol/L;
- c₂ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度,mmol/L;
- V₂ ——滴定水样消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;
- V₃ ——空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;
- V ——水样体积,mL;
- 2 ——Ca²⁺和 Mg²⁺换算成 $\frac{1}{2}$ Ca²⁺和 $\frac{1}{2}$ Mg²⁺基本单元的换算系数;
- 1 000 ——单位换算系数。

7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。当水中硬度含量小于 50.0 μmol/L 时两次平行测定结果的允许差不大于 0.5 μmol/L 硬度;当水中硬度含量大于或等于 50.0 μmol/L 时两次平行测定结果的允许差不大于 1.0 μmol/L 硬度。

8 试验报告内容

试验报告至少应包括下列各项：

- a) 注明引用标准；
 - b) 受检水样的完整标识：包括水样名称、采样地点、采样时间、采样人等；
 - c) 测定结果；
 - d) 测定人员、校核人员和测定日期。
-