

中华人民共和国化工行业标准

工业循环冷却水中铵的测定 蒸馏和滴定法

HG/T 2158—91

本标准参照采用国际标准 ISO 5664:84《水质——铵的测定——蒸馏和滴定法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以蒸馏和滴定法测定工业循环冷却水中铵的含量。

本标准适用于含量为 0.50~100.0mg/L 工业循环冷却水中铵(以 N 计)的测定。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

3 方法提要

将水样的 pH 调至 7.4 左右,加二氧化锰,使水样呈微碱性,加热蒸馏,蒸出的氨收集在含硼酸和甲基红-亚甲蓝混合指示剂的吸收溶液中,用盐酸标准滴定溶液滴定吸收溶液中铵的量。

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 4.1 规定的水。

4.1 水:水应不含铵,按下列方法之一制备。

4.1.1 离子交换法:蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂(氢型)柱,将流出水收集在配有密封磨口塞的玻璃瓶中。每升流出水中加入约 10g 同样的树脂以利于保存。

4.1.2 蒸馏法:吸取 0.1mL 硫酸(GB 625)至 1 000mL 蒸馏水中,在全玻璃装置中再蒸馏。弃去最先蒸出的 50mL 馏出水,然后将馏出水收集在配有密封磨口塞的玻璃瓶中,每升馏出水中加约 10g 强酸性阳离子交换树脂(氢型)。

4.2 盐酸(GB 622)标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.100\ 0\text{mol/L}$ 标准滴定溶液。

4.3 盐酸(GB 622)标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.02\text{mol/L}$ 标准滴定溶液;用移液管吸取 100.0mL 盐酸标准滴定溶液(4.2)于 500mL 容量瓶中,用水(4.1)稀至刻度,摇匀。

4.4 硼酸-指示剂溶液:

4.4.1 将 0.20g 甲基红(HG 3—958)溶解于 95mL 乙醇(GB 978)和 5mL 水(4.1)中,混匀。

4.4.2 将 0.20g 亚甲蓝(HGB 3394)溶解于 95mL 乙醇(GB 978)和 5mL 水(4.1)中,混匀。

4.4.3 将 20g 硼酸(GB 628)溶解在 30~40℃ 温水(4.1)中,冷却至室温后加入 7.0mL 甲基红溶液(4.4.1)和 3.5mL 亚甲蓝溶液(4.4.2),并用水(4.1)稀释至 100.0mL,混匀。

4.5 溴百里酚蓝(溴麝香草酚蓝)(HG 3—1222)溶液:0.5g/L。

4.6 盐酸(GB 622)溶液:1%(V/V)。

4.7 氢氧化钠(GB 629)溶液:40g/L。

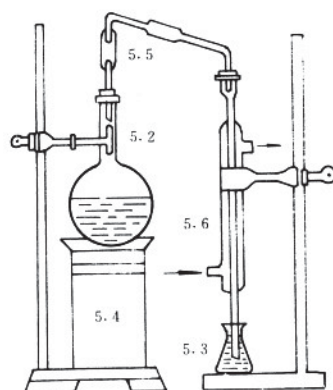
中华人民共和国化学工业部 1991-09-16 批准

1992-01-01 实施

4.8 二氧化锰:将二氧化锰置于 50mL 瓷坩埚中,放入高温炉(5.7)中于 500℃下加热约 2h,除去碳酸盐,取出,冷却至室温,立即贮存于玻璃瓶内。

4.9 玻璃球:直径 1~3mm。

5 仪器设备



铵的蒸馏装置图

5.1 蒸馏装置:按图将 500mL 长颈蒸馏圆底烧瓶(5.2)与双连定氮球(5.5)和直型冷凝器(5.6)相连,使冷凝器出口能浸入盛有吸收液的锥形瓶(5.3)中,所有联接处必须密封不能漏气,然后用电炉(5.4)加热。

5.2 长颈圆底烧瓶:500mL;

5.3 锥形瓶:300mL;

5.4 电炉:1kW;

5.5 双连定氮球;

5.6 直型冷凝器:长 400mm;

5.7 高温炉:3kW。

6 采样

6.1 采样瓶应是带螺纹盖的聚乙烯或玻璃细口瓶,用洗涤剂洗净后,再分别用水(4.1)冲洗。

6.2 在敞开式循环冷却水系统,通常在进入冷却塔之前的回水管道中采样;直流水系统在出水管处采样;密封闭路系统在低位采样。

6.3 为保证采样具有代表性,管道内各处应保持全部充满水,在正式采样之前,先放掉一些,再从有压管道中取出试样来清洗采样瓶,最后将试样充满采样瓶后,将盖子旋紧,并尽快分析,否则应于 2~5℃下可贮存约 6h。

7 分析步骤

7.1 试样

若已知试样中铵的大概含量,则可按表 1 选择试样的体积。

表 1 试样体积的选择

铵浓度(以 N 计),mg/L	试样的体积,mL
0~10	250
10~20	100
20~50	50
50~100	25

7.2 蒸馏装置预清洗

7.2.1 在两次测定之间,当蒸馏完后,移去吸收锥形瓶(5.3)后,应继续将长颈圆底烧瓶中残留液再蒸馏出 50mL 左右,才能进行下一个测定;每当装置停止使用一天以上或刚开始使用时应按 7.2.2 手续进行预清洗。

7.2.2 加约 350mL 水(4.1)于 500mL 长颈圆底烧瓶中,加几粒玻璃球(4.9),如图连结蒸馏装置,加热蒸馏到至少有 100mL 馏出液后,移去锥形瓶,弃去水和圆底烧瓶中的残留液。

7.3 测定

7.3.1 加 50mL 硼酸-指示剂溶液(4.4)于蒸馏装置锥形瓶(5.3)中,保证冷凝器的下端低于硼酸溶液(4.4)的液面。用移液管吸取所选体积的试样(7.1),加入至长颈圆底烧瓶中,再加入水(4.1)使长颈圆底烧瓶中溶液总体积达 350mL。加 4~5 滴溴百里酚蓝指示剂溶液(4.5),若溶液呈淡黄色($\text{pH}<6$),滴加氢氧化钠(4.7)使溶液刚变蓝色($\text{pH}>7.4$);若溶液呈淡蓝色,($\text{pH}>7.4$)则滴加盐酸(4.3)使溶液刚变淡黄色,再用氢氧化钠(4.7)滴至刚变淡蓝色。

7.3.2 向长颈圆底烧瓶中加入 0.25g 二氧化锰(4.8)和几粒玻璃球(4.9),立即将圆底烧瓶按图连接。

7.3.3 加热蒸馏,使馏出液以约 5~10mL/min 馏出。收集约 200mL 时,移去锥形瓶(5.3),停止蒸馏。

7.3.4 用盐酸标准滴定溶液(4.3)滴定馏出液至紫色即为终点。记录所消耗的体积。

注:盐酸标准滴定溶液(4.2)可用于滴定铵含量高的试样的馏出液。

7.4 空白试验

按(7.3)中所述步骤进行空白试验,用 250mL 水(4.1)代替试样。

8 分析结果的表述

8.1 以 mg/L 表示的试样中铵(以 N 计)的含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.01401}{V_0} \times 10^6 \quad \text{..... (1)}$$

式中: V_0 ——试样的体积,mL

V_1 ——化学计量点时所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,mL;

V_2 ——空白试验所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度,mol/L;

0.01401——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的铵(以 N 计)的质量。

9 允许差

水中铵的含量 X_1 与重复性 r 之间呈对数方程关系:

$$\lg r = 0.93 + 0.60 \lg X_1 \quad \text{..... (2)}$$

水中铵含量 X 与再现性 R 之间,呈线性方程关系:

$$R = 0.53 + 0.023 X_1 \quad \text{..... (3)}$$

附录 A
铵氮浓度换算表
(补充件)

测定结果可以用氮的质量浓度 $\rho(\text{N})$ ，氨的质量浓度 $\rho(\text{NH}_3)$ 或铵离子的浓度 $c(\text{NH}_4^+)$ ($\mu\text{mol/L}$) 表示，下表列出了它们之间的换算因数。

	氮的质量浓度 $\rho(\text{N})$, mg/L	氨的质量浓度 $\rho(\text{NH}_3)$, mg/L	铵离子质量浓度 $\rho(\text{NH}_4^+)$, mg/L	铵离子微摩尔浓度 $c(\text{NH}_4^+)$, $\mu\text{mol/L}$
$\rho(\text{N}) = 1\text{mg/L}$	1	1.216	1.288	71.4
$\rho(\text{NH}_3) = 1\text{mg/L}$	0.823	1	1.059	58.7
$\rho(\text{NH}_4^+) = 1\text{mg/L}$	0.777	0.944	1	55.4
$c(\text{NH}_4^+) = 1\mu\text{mol/L}$	0.014	0.017	0.018	1

例：1mg/L 铵离子浓度相当于 0.777mg/L 氮浓度。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由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。

本标准主要起草人沈鸿澧、关辉、倪美珍。