

ICS 71.040.40
G 76
备案号:13200—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3536—2003
代替 HG/T 3536—1985



工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中 二氧化碳含量的测定方法

Industrial circulating cooling water—Determination of
carbon dioxide for sludge and corrosion products

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是由化工行业标准 HG/T 3536—1985《工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中二氧化碳含量测定方法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3536—1985。

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归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李琳、邵宏谦、朱传俊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——HG/T 5-1607—1985,于 1999 年转化为 HG/T 3536—1985。

工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中 二氧化碳含量的测定方法

1 范围

本标准规定了循环冷却水系统污垢和腐蚀产物中二氧化碳的测定方法,测定范围为0.1%~40%。

本标准适用于循环冷却水系统污垢和腐蚀产物中二氧化碳的测定,根据二氧化碳的含量可计算出污垢和腐蚀产物中碳酸盐的含量。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

HG/T 3530 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物试样的调查、采取和制备

3 原理

试样经酸化分解释放出的二氧化碳经除去杂质和水分后,用乙醇-乙醇胺吸收液吸收,以百里酚酞为指示剂,用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾溶液进行非水滴定,氟化物和氯化物均不干扰测定,硫化物的干扰可用硫酸铜溶液消除。

4 试剂和材料

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 水:GB/T 6682,三级。

4.2 碳酸钙:基准试剂。

4.3 磷酸溶液:1+1。

4.4 乙醇胺。

4.5 乙醇。

4.6 百里酚酞(麝香草酚酞)。

4.7 氢氧化钾。

4.8 乙醇-乙醇胺吸收液。

将900 mL无水乙醇与100 mL乙醇胺混匀,再加100 mg百里酚酞混匀。

4.9 乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定液。

配制:

将 0.70 g 氢氧化钾溶于 1 000 mL 无水乙醇中取 900 mL 上层清液与 100 mL 乙醇胺混匀,加 100 mg 百里酚酞混匀贮于塑料瓶中,上述溶液浓度约为 0.012 mol/L,应避免光贮存。

标定:

准确称取 10 mg~20 mg(精确到 0.2 mg)预先在 105℃~110℃干燥过的碳酸钙,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 水,将其与加酸分液漏斗相连接。然后按分析步骤 6.4~6.7 进行,用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定液滴定至终点,按式(1)计算滴定度。

$$T = \frac{m \times 0.440}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

T——乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定液对二氧化碳的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

V——滴定时所用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定液体积的数值,单位为毫升(mL);

m——碳酸钙质量的数值,单位为克(g);

0.440——碳酸钙对二氧化碳的换算因数。

5 仪器、设备

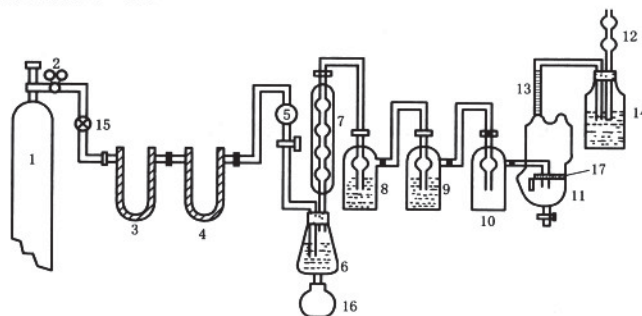
5.1 仪器

一般实验室用仪器和

- 5.1.1 氧气钢瓶。
- 5.1.2 医用氧气减压表。
- 5.1.3 非水定碳吸收器。
- 5.1.4 酒精灯。
- 5.1.5 分液漏斗:150 mL。
- 5.1.6 滴定管:碱式,25 mL。
- 5.1.7 锥形瓶:250 mL。
- 5.1.8 U 形干燥器。

5.2 仪器装置

二氧化碳测定装置如图 1 示。



- | | | |
|----------|----------------|--------------------|
| 1——气瓶; | 7——球形冷凝管; | 13——碱式滴定管; |
| 2——减压阀; | 8——3%硫酸铜; | 14——内盛氢氧化钾滴定液的细口瓶; |
| 3——钠石灰; | 9——浓硫酸; | 15——三通活塞; |
| 4——烧碱石棉; | 10——缓冲瓶; | 16——酒精灯; |
| 5——分液漏斗; | 11——非水定碳吸收器; | 17——沙芯板。 |
| 6——锥形瓶; | 12——内盛烧碱石棉干燥器; | |

图 1 二氧化碳测定装置图

6 分析步骤

- 6.1 按图连接好装置并确认不漏气后,向非水定碳吸收器中加入吸收液至超过砂芯烧结玻璃板 1 cm。
- 6.2 通氧气(控制流量约为 1 L/min),若溶液颜色由浅绿色变为淡黄色,从滴定管加乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定液至溶液颜色恰变为稳定的淡绿色,此颜色称为初始终点颜色,可另配上述标准色作为今后滴定时对比用。
- 6.3 称取 0.5 g(精确到 0.2 mg)按 HG/T 3530 的规定制备好的试样,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 水,将其与加酸分液漏斗相连接。
- 6.4 将分液漏斗活塞关上,打开分液漏斗胶塞,加入 10 mL 磷酸溶液,塞紧胶塞并打开其活塞,立即通入氧气(约 1 L/min)。
- 6.5 待磷酸全部流入锥形瓶后,若非水定碳吸收器中溶液逐渐变色,应立即用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定至砂芯烧结玻璃板上部溶液仍保持淡绿色。
- 6.6 然后用酒精灯加热 10 min,在此期间当非水定碳吸收器中溶液逐渐变黄,立即用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定至溶液与初始终点颜色一致即为滴定终点。
- 6.7 移去酒精灯,将三通活塞转向大气,关上氧气瓶减压阀门开关,立即将锥形瓶取下并打开非水定碳吸收器下部活塞,放掉多余的吸收液,使液面仍恢复滴定前位置。
- 6.8 若进行第二个试样测定,应立即换上已称量好试样的锥形瓶,按 6.3~6.7 进行测定。

注 1: 因蒸馏水和试剂中有少量二氧化碳,每批样品测定前应事先作二份空白。

注 2: 测定高含量成分试样后,若再测定低含量成分的样品,必须在测定前先作一个蒸馏水空白。以防止系统中未赶尽的二氧化碳使测定结果偏高。

7 结果计算

污垢和腐蚀产物中二氧化碳含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{T \times V}{m(1-w)} \times 100 \quad \dots \quad (2)$$

式中:

T ——乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定液对二氧化碳的滴定度的准确数值,单位为克每毫升(g/mL);

V ——已扣除空白的乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

w ——试样水分的质量分数,数值以%表示。

8 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。含量在 0%~25% 时平行测定结果的绝对差值不大于 0.18%。