

ICS 71.040.40
G 76



中华人民共和国国家标准

GB/T 23836—2009

工业循环冷却水中钼酸盐含量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Determination of molybdate in industrial circulating cooling water—
Spectrometric method using thiocyanate

2009-05-18 发布

2010-02-01 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

117

前 言

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：南京御水科技有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：陈伟、白莹、李琳、邵宏谦、朱传俊。

工业循环冷却水中钼酸盐含量的测定 硫氰酸盐分光光度法

1 范围

本标准规定了工业循环冷却水中钼酸盐含量的测定方法。
本标准适用于钼酸盐含量在 2 mg/L~100 mg/L 范围内的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

还原剂抗坏血酸可将钼酸盐还原成 Mo^{5+} ,酸性条件下, Mo^{5+} 与硫氰酸盐形成橙色络合物。于 460 nm 最大吸收波长处测定其吸光度。

4 试剂和材料

本标准所用试剂和水,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。

安全提示:本标准所使用的强酸具有腐蚀性,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 硫酸溶液:1+1。

4.2 亚铁离子溶液:5 g/L。

称取 3.51 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水,缓慢加入 4.5 mL 硫酸,搅拌使其溶解,冷却后用水稀释至 100 mL,混匀。

4.3 抗坏血酸溶液:100 g/L。

溶解 10 g 抗坏血酸于 100 mL 水中,摇匀,贮存于棕色瓶中,在冰箱中可稳定放置 15 天。

4.4 硫氰酸铵溶液:100 g/L。

4.5 钼酸盐标准贮备溶液:1 mL 含有 1 mg MoO_4^{2-} 。

称取 0.756 5 g 钼酸钠 $(\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$,精确至 0.2 mg,溶于约 200 mL 水中,定量转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6 钼酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.1 mg MoO_4^{2-} 。

取 50.00 mL 钼酸盐标准贮备溶液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 10 mm 光程的吸收池。

6 分析步骤

6.1 校准曲线的绘制

分别移取 0(空白)、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 钼酸盐标准溶液于 7 个 50 mL 容量瓶

中。依次加入 6.0 mL 硫酸溶液、1.0 mL 硫酸亚铁铵溶液、10.0 mL 硫氰酸铵溶液、少量水、1.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,于室温下放置 15 min。使用分光光度计在 460 nm 波长处,用 10 mm 吸收池,以空白作参比进行吸光度的测定。以测得的吸光度为纵坐标,相对应的 MoO_4^{2-} 的含量 (μg) 为横坐标绘制校准曲线。

6.2 钼酸盐含量的测定

移取适量体积的试样于 50 mL 容量瓶中,依次加入 6.0 mL 硫酸溶液、1.0 mL 硫酸亚铁铵溶液、10.0 mL 硫氰酸铵溶液、少量水、5.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,于室温下放置 15 min。使用分光光度计在 460 nm 波长处,用 10 mm 吸收池,以试剂空白为参比进行吸光度的测定。

7 结果计算

钼酸盐含量(以 MoO_4^{2-} 计)以质量浓度 ρ_1 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的钼酸盐(以 MoO_4^{2-} 计)的质量的数值,单位为微克(μg);

V ——移取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

8 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应符合表 1 之规定。

表 1

钼酸盐含量 ρ /(mg/L)	允许差/(mg/L)
$\rho \leq 10$	<0.10
$10 < \rho \leq 100$	<0.50
$\rho > 100$	<1.00