

ICS 71.040.40
G 76



中华人民共和国国家标准

GB/T 15452—2009
代替 GB/T 15452—1995

工业循环冷却水中钙、镁离子的测定 EDTA 滴定法

**Industrial circulating cooling water—
Determination of calcium and magnesium—EDTA titration method**

(ISO 6059:1984, Water quality—Determination of the sum of calcium and magnesium—EDTA titrimetric method, NEQ)

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

前 言

本标准对应于 ISO 6059:1984《水质 钙、镁含量的测定 EDTA 滴定法》(英文版),与 ISO 6059:1984 的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 15452—1995《工业循环冷却水中钙、镁离子的测定 EDTA 滴定法》。

本标准与 GB/T 15452—1995 相比,在技术内容上并无变化,只是对文本结构和文字进行了修改。

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:中海油天津化工研究设计院、广州市特种承压设备检测研究院。

本标准主要起草人:朱传俊、邵宏谦、马博群、黎华、杨麟。

本标准于 1995 年首次发布。

工业循环冷却水中钙、镁离子的测定

EDTA 滴定法

1 范围

本标准规定了工业循环冷却水中钙、镁离子含量的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中钙含量在 2 mg/L~200 mg/L, 镁含量在 2 mg/L~200 mg/L 的测定, 也适用于其他工业用水及原水中钙、镁离子含量的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 方法提要

钙离子测定是在 pH 为 12~13 时, 以钙-羧酸为指示剂, 用 EDTA 标准滴定溶液测定水样中的钙离子含量。滴定时 EDTA 与溶液中游离的钙离子仅应形成络合物, 溶液颜色变化由紫红色变为亮蓝色时即为终点。

镁离子测定是在 pH 为 10 时, 以铬黑-T 为指示剂, 用 EDTA 标准滴定溶液测定钙、镁离子含量, 溶液颜色由紫红色变为纯蓝色时即为终点, 由钙镁含量中减去钙离子含量即为镁离子含量。

4 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。

- 4.1 硫酸溶液: 1+1。
- 4.2 过硫酸钾溶液: 40 g/L, 贮存于棕色瓶中(有效期 1 个月)。
- 4.3 三乙醇胺溶液: 1+2。
- 4.4 氢氧化钾溶液: 200 g/L。
- 4.5 氨-氯化铵缓冲溶液(甲): pH=10。
- 4.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.01 mol/L。
- 4.7 钙-羧酸指示剂: 0.2 g 钙-羧酸指示剂[2-羟基-1-(2-羟基-4-磺基-1-萘偶氮)-3-萘甲酸]与 100 g 氯化钾混合研磨均匀, 贮存于磨口瓶中。
- 4.8 铬黑 T 指示液: 溶解 0.50 g 铬黑 T[1-(1-羟基-2-萘偶氮-6-硝基-萘酚-4-磺酸钠)]于 85 mL 三乙醇胺中, 再加入 15 mL 乙醇。

5 分析步骤

5.1 钙离子的测定:用移液管移取 50 mL 过滤后的水样于 250 mL 锥形瓶中,加 1 mL 硫酸溶液和 5 mL 过硫酸钾溶液,加热煮沸至近干,取下冷却至室温加 50 mL 水、3 mL 三乙醇胺溶液、7 mL 氢氧化钾溶液和约 0.2 g 钙-羧酸指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定,近终点时速度要缓慢,当溶液颜色由紫红色变为亮蓝色时即为终点。

5.2 镁离子的测定:用移液管移取 50 mL 过滤后的水样于 250 mL 锥形瓶中,加 1 mL 硫酸溶液和 5 mL 过硫酸钾溶液加热煮沸至近干,取下冷却至室温,加 50 mL 水和 3 mL 三乙醇胺溶液。用氢氧化钾溶液调节 pH 近中性,再加 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液和 3 滴铬黑 T 指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定,近终点时速度要缓慢,当溶液颜色由紫红色变为纯蓝色时即为终点。

- 注 1: 原水中钙、镁离子含量的测定不用加硫酸及过硫酸钾加热煮沸。
- 注 2: 三乙醇胺用于消除铁、铝离子对测定的干扰,原水中钙、镁离子测定不加入。
- 注 3: 过硫酸钾用于氧化有机磷系药剂以消除对测定的干扰。

6 结果计算

6.1 钙离子含量以质量浓度 ρ_1 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho_1 = \frac{(V_1/1\,000)cM_1}{V/1\,000} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V_1 ——滴定钙离子时,消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——所取水样的体积的数值,单位为毫升(mL);
- M_1 ——钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=40.08$)。

6.2 镁离子含量以质量浓度 ρ_2 计,数值以 mg/L 表示,按式(2)计算:

$$\rho_2 = \frac{(V_2/1\,000 - V_1/1\,000)cM_2}{V/1\,000} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V_2 ——滴定钙、镁含量时,消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——滴定钙离子含量时,消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——所取水样的体积的数值,单位为毫升(mL);
- M_2 ——镁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=24.31$)。

7 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 0.4 mg/L。