



中华人民共和国国家标准

GB/T 14420—2014
代替 GB/T 14420—1993

GB/T 14420—2014

锅炉用水和冷却水分析方法 化学耗氧量的测定 重铬酸钾快速法

Analysis of water used in boiler and cooling system—Determination of
chemical oxygen demand—Rapid method with potassium dichromate

中华人民共和国
国家标准
锅炉用水和冷却水分析方法
化学耗氧量的测定 重铬酸钾快速法
GB/T 14420—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2014年10月第一版 2014年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50153 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 14420-2014

2014-07-08 发布

2014-12-01 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

附录 A
(规范性附录)
含汞废液处理方法

A.1 方法提要

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

A.2 试剂和材料

A.2.1 通则:本附录所用试剂为工业级试剂。

A.2.2 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)。

A.2.3 氢氧化钠溶液:400 g/L。

A.2.4 过氧化氢溶液:30%。

A.3 处理步骤

将废液收集于约 50 L 的容器中,当废液达约 40 L 时依次加入 400 mL 氢氧化钠溶液,100 g 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),摇匀。10 min 后缓慢加入 400 mL 过氧化氢溶液,充分混合,放置 24 h 后将上部清液排入废水中,沉淀物转入另一容器中,由专人进行汞的回收。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 14420—1993《锅炉用水和冷却水分析方法 化学耗氧量的测定 重铬酸钾快速法》,与 GB/T 14420—1993 相比,主要技术变化如下:

——增加了分光光度法。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(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、厦门市华测检测技术有限公司、嘉善绿野环保材料厂、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、重庆大学。

本标准主要起草人:白莹、侯洋、赵军明、万峰、俞明华、楼琼慧、郑怀礼、曾鸣。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 14420—1993。

5 分光光度法

5.1 方法提要

在水样中加入已知量的重铬酸钾溶液,在强酸介质下以银盐为催化剂,经微波消解后,重铬酸钾被还原产生三价铬(Cr^{3+}),试样中的化学耗氧量与三价铬(Cr^{3+})产生的吸光度成线性关系,其最大吸光值在 600 nm 波长处。

5.2 试剂和材料

5.2.1 水:符合 GB/T 6682—2008 中三级水的规定。

5.2.2 硫酸汞。

5.2.3 硫酸银-硫酸溶液:同 4.2.5。

5.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

5.2.5 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.200\text{ mol/L}$ 。称取 9.806 7 g 已于 120 °C ± 2 °C 干燥至恒量的优级纯重铬酸钾于 1 L 烧杯中,加入约 500 mL 水使之溶解,缓慢加入 250 mL 硫酸,混匀。冷却后,转移至 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.2.6 邻苯二甲酸氢钾标准溶液:称取 4.251 7 g 已于 105 °C ~ 110 °C 干燥至恒量的优级纯邻苯二甲酸氢钾溶于水中,后转移至 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液应在 2 °C ~ 8 °C 下贮存。该溶液 COD 值为 5 000 mg/L。

5.2.7 铬酸钾指示液:50 g/L。

5.3 仪器、设备

5.3.1 微波消解仪:配有消解罐,数量小于 10 个。

5.3.2 分光光度计:配有 3 cm 吸收池。

5.4 样品预处理

5.4.1 采样与保存

同 4.4。

5.4.2 水样中氯离子的检测

在试管中加入 2.00 mL 水样,加入 0.5 mL 硝酸银溶液,充分混合后加入两滴铬酸钾指示液,摇匀。若溶液变红,表明氯离子含量小于 1 000 mg/L;若仍为黄色,表明氯离子含量大于 1 000 mg/L,应对水样进行稀释后测定。

5.5 分析步骤

5.5.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(空白)、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 邻苯二甲酸氢钾标准溶液于一系列 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。该系列溶液的 COD 值分别为 0.00 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、800 mg/L。取上述溶液及邻苯二甲酸氢钾标准溶液各 5.00 mL,按 5.5.2 操作。以 COD(mg/L)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线或计算出回归方程。

锅炉用水和冷却水分析方法 化学耗氧量的测定 重铬酸钾快速法

警告:本标准的硫酸汞属于剧毒化学品,硫酸具有较强的化学腐蚀性,操作时应按规定要求佩戴防护器具,避免接触皮肤和衣服。若被硫酸溅到,应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。加热回流在通风橱内操作,检测后的残渣液应收集保留,按附录 A 处理。

1 范围

本标准规定了测定锅炉用水和冷却水中化学耗氧量的方法——重铬酸钾快速法。

本标准中的容量法适用于天然水、炉水、除盐水以及工业循环冷却水等水样中化学耗氧量的测定,测定范围为 0 mg/L~50 mg/L(以氧计),浓度大于 50 mg/L 的水样应稀释后测定;本标准中的分光光度法适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水等水样中化学耗氧量的测定,测定范围为 50 mg/L~1 000 mg/L(以氧计),氯离子浓度不得大于 1 000 mg/L,浓度大于 1 000 mg/L 或氯离子含量大于 1 000 mg/L 的水样应稀释后测定。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

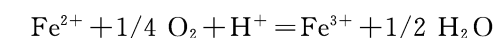
3 通则

本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂。

4 容量法

4.1 方法提要

在水样中加入已知量的重铬酸钾溶液,在强酸介质下以银盐做催化剂,经沸腾回流后,以 1,10-菲罗啉-亚铁为指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定水样中未被还原的重铬酸钾,由消耗的硫酸亚铁铵的量计算水样中化学耗氧量的质量浓度。测定中应加入适量硝酸银和硝酸铋,以消除氯离子的干扰。



4.2 试剂和材料

4.2.1 水

符合 GB/T 6682—2008 中二级水的规定。

4.2.2 硫酸溶液

量取 33 mL 硫酸,缓缓注入约 60 mL 水中,冷却,稀释至 100 mL。