

中华人民共和国化学工业部部标准

工业循环冷却水污垢和腐蚀 产物中酸不溶物、磷、铁、 铝、钙、镁、锌、铜含量测定方法

HG 5—1605—85

本标准适用于循环冷却水碳钢和不锈钢系统中污垢和腐蚀产物中酸不溶物、磷、铁、铝、钙、镁、锌、铜含量的测定。

第一篇 试样溶液的制备

1 方法提要

试样经盐酸、硝酸分解后,再用高氯酸将硅酸胶体脱水成二氧化硅沉淀,与铁铝等某些不溶性化合物残渣一起过滤分离。

2 试剂

- 2.1 盐酸;
- 2.2 硝酸;
- 2.3 高氯酸;
- 2.4 1%硝酸。

3 试验步骤

3.1 称取 0.5g(称准至 0.000 2g)按 HG 5—1601—85《工业循环冷却水污垢和腐蚀产物试样的调查、采取和制备》制备好的两份试样,一份按 HG 5—1602—85《工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中水分含量测定方法》测定水分,另一份置于瓷坩埚中,从低温加热至 450℃,灼烧半小时,冷却后将残渣全部转移到 250mL 烧杯中。

3.2 慢慢加入 30mL 盐酸和 10mL 硝酸,盖上表面皿,摇匀,在电热板或低温电炉上缓缓加热煮沸 20min,若仍有褐色或棕黄色残渣,可再加入 20mL 盐酸,煮沸至溶液清亮。

3.3 取下烧杯,稍冷加入 20mL 高氯酸,再加热至冒浓厚白烟,将表面皿略为移开,继续缓缓加热冒烟 15~20min,切不可溶液蒸干。

3.4 从电热板或电炉上取下烧杯,冷却后加入 50mL 温水,煮沸,充分搅拌使杯上的盐类溶解,用中速定量滤纸过滤,并将烧杯壁附着的沉淀全部转移至滤纸上,先用 1%硝酸洗 5 次,再用热水洗 8 次,滤液和洗液一并收集于 250mL 容量瓶中,加水稀至刻度,摇匀。此溶液称为试样溶液,作磷、铝、钙、锌、镁、铜之测定用。沉淀留作酸不溶物的测定用。

注:① 含碳酸盐较多的试样,应分批加入盐酸,以免产生大量二氧化碳气体,使溶液溅失。

② 上述溶解试样手续,均需在通风橱中进行。

第二篇 酸不溶物的测定

4 方法提要

试样用酸分解后,硅酸液体经高氯酸脱水产生二氧化硅沉淀,与铁、铝、钙等不溶性化合物一起经过滤、洗涤灼烧至恒重等步骤,最后求出酸不溶物的含量。

5 仪器

- 5.1 高温炉:1 000~1 100℃;
5.2 温度控制器:1 000~1 200℃;
5.3 瓷坩埚:20~30mL。

6 试验步骤

将“第一篇试样溶液的制备”所得的沉淀连同滤纸放入预先已恒重的坩埚中,在电炉上小心灰化至滤纸烧尽,然后将坩埚放入高温炉中在 950~1 000℃灼烧 1h,取出,在空气中稍冷,至坩埚壁暗红色褪去,置于干燥器中冷却 45min,称量,再将坩埚放入高温炉内灼烧半小时,取出,按上述手续冷却后称重,反复灼烧至恒重。

7 计算

污垢和腐蚀产物中酸不溶物的含量 $X(\%)$ 按式(1)计算:

$$X = \frac{W}{G(1-T)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: W ——残渣的重量, g;
 G ——试样的重量, g;
 T ——试样的水分含量百分数。

8 容许差

8.1 平行测定两个结果间的差数不应大于表 1 的规定。

表 1

%

酸不溶物的含量	两个结果的差值
2~10	0.08
25~40	0.70

8.2 取平行测定两个结果的算术平均值,作为试样的测定结果。

第三篇 五氧化二磷的测定

9 方法提要

样品经酸分解后除去二氧化硅的滤液,在硝酸溶液中,正磷酸盐与钒酸铵、钼酸铵形成可溶性的磷钒钼黄色络合物($P_2O_5 \cdot V_2O_5 \cdot 2MoO_3 \cdot nH_2O$)。其最大吸收波长为 315nm,通常在 440nm 处测定吸光度。

10 试剂

10.1 0.15%对硝基酚水溶液;

- 10.2 硝酸；
 10.3 硝酸(1+2)；
 10.4 钼酸铵；
 10.5 钒酸铵；
 10.6 10%氢氧化钠水溶液；
 10.7 磷酸二氢钾。

11 准备工作

11.1 钼酸铵钒酸铵显色剂。

a. 将 25g 钼酸铵溶于约 150mL 水中,加热至 60℃ 溶解后,若溶液浑浊可通过中速滤纸过滤,再加入 100mL 水和 2mL 硝酸。

b. 将 0.75g 钒酸铵溶于 125mL 水中,加热至 60℃,溶解后冷却,再加入 125mL 硝酸。将 a、b 两溶液混合,并加入 100mL 硝酸,混匀后保存在棕色瓶中。

11.2 五氧化二磷标准溶液:称取 0.1917g(称准至 0.0002g)经 105~110℃ 烘干的磷酸二氢钾,溶于水中,转移至 1L 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀后备用,此溶液 1mL 含 0.1mg 五氧化二磷。

11.3 标准曲线的绘制:准确吸取五氧化二磷标准溶液 0、1.0、3.0、5.0、7.0、10.0mL 于 50mL 容量瓶中,用移液管准确加入 10mL 钼酸铵-钒酸铵显色剂,加水稀释至刻度,摇匀后静置 15min,移入 2cm 比色皿中,以试剂空白为参比,在分光光度计上,于波长 440nm 处,测定其吸光度。将测得的吸光度与溶液浓度绘制标准曲线。

12 试验步骤

12.1 准确吸取“第一篇试样溶液的制备”的试样溶液 1.5mL(磷系水质稳定剂)或 5mL(非磷系水质稳定剂)置于 50mL 容量瓶中。

12.2 加入 2~4 滴对硝基酚指示剂,用 10%氢氧化钠溶液中和至溶液呈黄色,再滴加硝酸(1+2)至溶液刚变无色,用移液管准确加入 10mL 钼酸铵-钒酸铵显色剂,以下按“11.3 标准曲线的绘制”操作。

13 计算

污垢和腐蚀产物中五氧化二磷的百分含量 $X(\%)$ 按式(2)计算:

$$X = \frac{C}{1000G(1-T) \frac{V}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: C ——自标准曲线上查得的五氧化二磷量,mg;

G ——试样重量,g;

V ——分取试样溶液的体积,mL;

T ——试样中水分的含量百分数。

14 容许差

14.1 五氧化二磷含量在 8%~12% 范围内,平行测定两个结果间的差数不大于 0.35%。

14.2 取平行测定两个结果的算术平均值,作为试样的测定结果。

注:若显色温度低于 15℃,需放置 30min 后才能显色完全,当室温变化较大时,标准曲线应重新绘制。