中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2023—91

工业循环冷却水中游离氯和总氯的测定 N,N-二乙基-1,4-苯二胺分光光度法

代替 HG 5—1505—85

本标准参照采用国际标准 ISO 7393/2—85《水质——游离氯和总氯的测定——第 2 部分:N,N-二乙基-1,4-苯二胺比色法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了循环冷却水中游离氯和总氯的测定方法与测定范围。

本标准适用于含量为 0.1～1.5 mg/L(以 Cl 计)循环冷却水中总氯的测定。

2 术语

2.1 游离氯:包括次氯酸,次氯酸根离子和溶解的元素氯。

2.2 总氯:包括游离氯和氯胺。

2.3 氯胺:包括一氯胺、二氯胺、三氯化氮和有机氮化物的所有氯化衍生物。

3 方法提要

美析仪器 MACY INSTRUMENT 专业光度计系列生产厂家 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

3.1 游离氯的测定

当 pH 为 6.2～6.5 时,试样中的游离氯与 N,N-二乙基-1,4-苯二胺(以下简称 DPD)直接反应,生成红色化合物,于 510 nm 波长处,用分光光度法测定。

3.2 总氯的测定

当 pH 为 6.2～6.5 时,在过量的碘化钾存在下,试样中总氯与 DPD 反应,生成红色化合物,于 510 nm波长处,用分光光度法测定。

4 试剂和材料

分析方法中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和符合 4.2 规定的水。

4.1 次氯酸钠溶液:活性氯浓度为 5.2%(*m/m*)的溶液。

4.2 水(不应含有氧化性和还原性物质的水):蒸馏水必须按下述方法检验:取两只 250 mL 锥形瓶,在第一个瓶内放置 100 mL 被检验的水和 1 g 碘化钾(4.5)混合,1 min 后,加入 5.0 mL 缓冲溶液(4.3)和 5.0 mL DPD 溶液(4.4)混合。在第二个瓶内,放置 100 mL 被检验的水和两滴次氯酸钠溶液(4.6)混合,2 min 后,加入 5.0 mL 缓冲溶液(4.3)和 5.0 mL DPD 溶液(4.4)混合。

若在第一个瓶中无色,而在第二个瓶中出现淡粉红色,则水(4.2)符合质量要求。

若蒸馏水不符合质量要求,必须按下述方法处理:将 3 000 mL 蒸馏水置于烧杯中,加入 0.50 mL 次氯酸钠溶液(4.1)混匀,盖上玻璃盖,放置至少 20 h,然后去盖用 H 型紫外灯(9 W)插入水中,或在强日光下照射 10 h 以上,脱氯,再按上述方法检验,如不合格,仍需重新处理。

4.3 缓冲溶液:pH 为 6.5。

用水(4.2)分别将 46.0 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)(GB 1274)、60.5 g 十二水磷酸氢二钠(Na_2HPO_4·

中华人民共和国化学工业部1991-06-27批准 1992-01-01实施

$12H_2O$)(GB 1263)和 0.8 g 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)(GB 1401)溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水(4.2)稀释至刻度，摇匀。

4.4 N,N-二乙基-1,4-苯二胺硫酸盐(以下简称 DPD)〔NH_2-C_6H_4-$N(C_2H_5)_2 \cdot H_2SO_4$〕溶液：1.1 g/L溶液。

在 250 mL 水(4.2)中加入 2.0 mL 硫酸(GB 625)并溶解 0.2 g 乙二胺四乙酸二钠(GB 1401)和1.1 g 无水 DPD，用水(4.2)稀释到 1 000 mL 混匀，置于棕色瓶中，防止受热。一个月后或当溶液变色时，须更新溶液。

4.5 碘化钾(GB 1272)。

4.6 次氯酸钠溶液：活性氯浓度约为 0.1 g/L 的溶液。

称取约 2 g(精确至 0.001 g)次氯酸钠溶液(4.1)用水(4.2)稀释至 1 000 mL 混匀。

4.7 硫酸(GB 625)溶液：1+17 溶液。

4.8 氢氧化钠(GB 629)：80 g/L 溶液。

4.9 碘酸钾(GB 651)：$\rho(KIO_3)$=1.006 g/L 溶液。

称取 1.006 g(精确至 0.000 2 g)碘酸钾(KIO_3)(GB 651)，溶于 200 mL 水中，移入 1 000 mL 的容量瓶，并用水(4.2)稀释至刻度，摇匀。

4.10 碘酸钾(GB 651)：$\rho(KIO_3)$=10.06 mg/L 溶液。

移取 10.00 mL 碘酸钾溶液(4.9)置于 1 000 mL 容量瓶中，加 1 g 碘化钾(4.5)，用水(4.2)稀释至刻度，摇匀，须当天配制。

1 mL 该溶液相当于 10 μg Cl。

4.11 硫代乙酰胺(CH_3CSNH_2)(HG 3—970)：2.5 g/L 溶液。

MACY 美析仪器 MACY INSTRUMENT 专业光度计系列生产厂家 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

5 仪器、设备

一般实验室用仪器[1]和

5.1 分光光度计。

注：1) 玻璃器皿和吸收池的处理：用次氯酸钠溶液(4.6)注满器皿，1 h 后，用大量自来水冲洗，再用水(4.2)洗净。

6 样品

6.1 取样须用带螺纹盖的棕色细口瓶，用市售洗涤剂清洗后，再用蒸馏水冲洗。

6.2 敞开循环冷却水系统，通常在进入冷却塔之前的回水管道中取样；直流水系统，在出水管处取样；对封闭系统，则在低位取样。

6.3 为保证取样具有代表性，管道内各处应保持全部充满水，并且在正式取样之前，先放掉一些，再从有压管道中取出试样来清洗取样瓶，后将试样充满取样瓶，旋紧盖子，存放阴凉处。

7 分析步骤

7.1 试样

取样后应立即开始测定，试样须避免光照、搅动和受热。

7.2 工作曲线的绘制

吸取碘酸钾标准溶液(4.10)0.00、0.30、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00、12.00、15.00、20.00 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中，在第一个容量瓶内加 1.0 mL 硫酸溶液(4.7)混匀，1 min 后加 1.0 mL 氢氧化钠溶液(4.8)混匀，用水(4.2)稀释至刻度，摇匀。依次将其余容量瓶逐个按同样方法操作。各容量瓶中溶液相应于总氯量分别为 0.00、0.03、0.10、0.30、0.50、0.70、0.90、1.20、1.50、2.00 mg/L(以 Cl 计)。

在 250 mL 锥形瓶内，加 5.0 mL 缓冲溶液(4.3)和 5.0 mL DPD 溶液(4.4)混匀，立即加入第一个容量瓶内的溶液(不冲洗)摇匀，控制显色时间在 2 min 内，用 3 cm 吸收池，在 510 nm 波长处，以水(4.2)

为参比液测定其吸光度。

依次将其余容量瓶逐个按同样方法进行显色和测定操作。将测定各吸光度值扣除空白值后，以吸光度为纵坐标，总氯量(mg/L，以 Cl 计)为横坐标绘制工作曲线。

7.3 游离氯的测定

在 250 mL 锥形瓶中，加 5.0 mL 缓冲溶液(4.3)和 5.0 mL DPD 溶液(4.4)混匀，随后加 100.0 mL 试验溶液[2)]摇匀，立即加一滴硫代乙酰胺溶液(4.11)摇匀。用 3 cm 吸收池，在 510 nm 波长处，以水(4.2)的试剂空白为参比液，测定吸光度，并从工作曲线上查得氯的质量浓度 ρ_1。

7.4 总氯的测定

在 250 mL 锥形瓶中，加 5.0 mL 缓冲溶液(4.3)和 5.0 mL DPD 溶液(4.4)摇匀，随后加 100.0 mL 试验溶液[2)]摇匀，再加 1 g 碘化钾(4.5)混匀。控制显色时间在 2 min 后，立即加一滴硫代乙酰胺溶液(4.11)摇匀。用 3 cm 吸收池，在 510 nm 波长处，以水(4.2)的试剂空白为参比液，迅速测定吸光度，并从工作曲线上查得氯的质量浓度 ρ_2。

7.5 锰氧化物干扰的校正

在 250 mL 锥形瓶中，放置 100.0 mL 试验溶液[2)]，加入 1 mL 硫代乙酰胺溶液(4.11)，混匀，再加 5.0 mL缓冲溶液(4.3)和 5.0 mL DPD 溶液(4.4)，混匀。用 3 cm 吸收池，在 510 nm 波长处，以水(4.2)的试剂空白为参比液，立即进行测定。并由测得的吸光度，从工作曲线上查得相当于锰氧化物存在的氯的质量浓度 ρ_3。

注：2) 若试样中氯量超过 1.50 mg/L(以 Cl 计)，则适当减少取样量，但应以水(4.2)稀释至 100.0 mL。

8 分析结果的表述

8.1 游离氯浓度的计算

以 mg/L(以 Cl 计)表示的试样中游离氯的含量 X_1，按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{(\rho_1 - \rho_3) \times 100.0}{V} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：ρ_1 ——按游离氯的测定(7.3)查得的氯的质量浓度，mg/L(以 Cl 计)；

ρ_3 ——按锰氧化物干扰的校正(7.5)查得相当的氯的质量浓度，mg/L(以 Cl 计)；

V ——移取试验溶液的体积，mL；

100.0——将试样稀释后所得试料的体积，mL。

所得结果应表示至二位小数。

8.2 总氯浓度的计算

以 mg/L(以 Cl 计)表示的试样中总氯的含量 X_2，按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{(\rho_2 - \rho_3) \times 100.0}{V} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：ρ_2 ——按总氯的测定(7.4)查得的氯的质量浓度，mg/L(以 Cl 计)；

ρ_3 ——按锰氧化物干扰的校正(7.5)查得相当的氯的质量浓度，mg/L(以 Cl 计)；

V ——移取试验溶液的体积，mL；

100.0——将试样稀释后所得试料的体积，mL。

所得结果应表示至二位小数。

9 允许差

取两次测定结果的算术平均值为测定结果。

两次测定结果之差值不超过 0.03 mg/L。

美析仪器 MACY INSTRUMENT 专业光度计系列生产厂家 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由南京化工学院负责起草。

本标准主要起草人赵任辉、张恩隆。

美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

HG 2022—91
HG/T 2023—91

美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国
化工行业标准
工业循环冷却水中游离氯和总氯的测定
HG 2022—91
HG/T 2023—91
*
编辑 化工行业标准编辑部
（化工部标准化研究所）
邮政编码：100013
版权专有 不得翻印
*
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 15 500
1991年9月第一版 1991年9月第一次印刷
印数 1—500
*