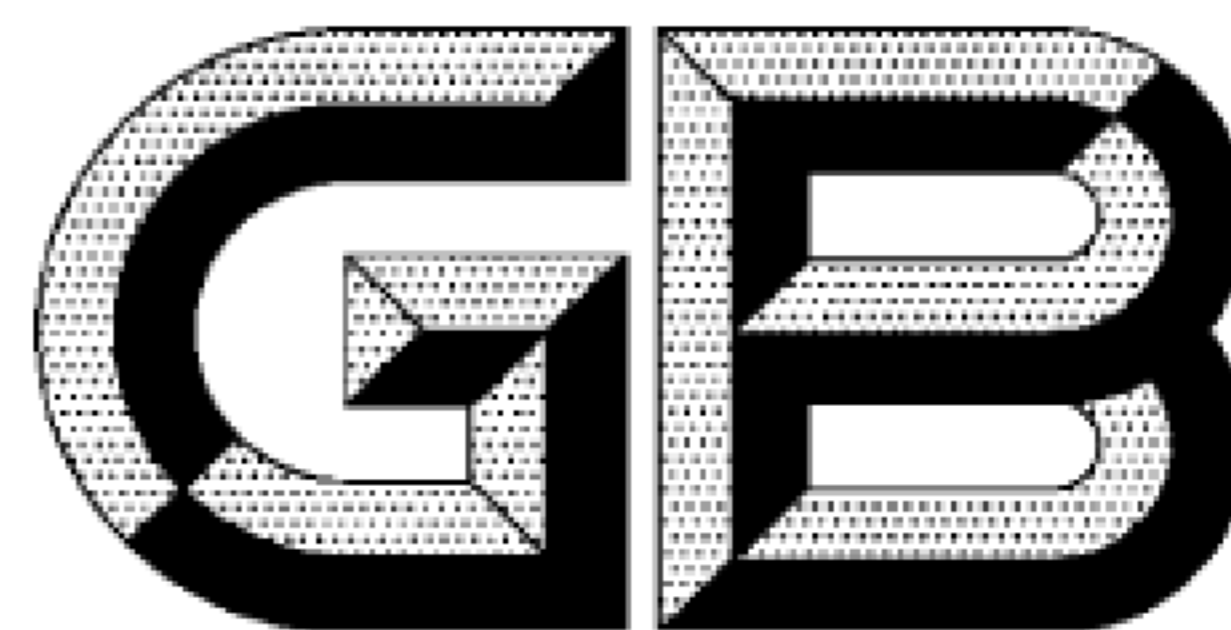


ICS 27.060.30
J 75



中华人民共和国国家标准

GB/T 1576—2018
代替 GB/T 1576—2008

工业锅炉水质

Water quality for industrial boilers

2018-05-14 发布

2018-12-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 水质标准	2
5 水质分析方法	6
附录 A (规范性附录) 溶解氧的测定(氧电极法)	8
附录 B (规范性附录) 溶解固形物的测定(重量法)	10
附录 C (规范性附录) 锅水溶解固形物的间接测定	12
附录 D (规范性附录) 磷酸盐的测定(磷钼蓝比色法)	15
附录 E (规范性附录) 碱度的测定(酸碱滴定法)	17
附录 F (规范性附录) 亚硫酸盐的测定(碘量法)	19

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 1576—2008《工业锅炉水质》。与 GB/T 1576—2008 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了“原水”“除盐水”的定义;将“回水”改为“蒸汽锅炉回水”,“锅内加药处理”改为“锅内水处理”,并修改了定义;增加了“天然碱度法”术语(见第 3 章,2008 年版的第 3 章);
- 增加了 4.1 通则(见 4.1);
- 统一了给水浊度的指标值;修改了给水 pH 值和锅水碱度;增加了锅水电导率指标(见表 1, 2008 年版的表 1);
- 修改了锅内水处理适用范围和要求(见 4.3.1,2008 年版的 4.2.1);
- 增加了给水铁的指标(见表 2);
- 修改了给水溶解氧指标和直流锅炉给水碱度下限值;增加了贯流和直流锅炉给水和锅水的电导率指标(见表 3,2008 年版的表 5);
- 增加了蒸汽锅炉回水中铜的指标(见表 4);
- 删除了“油”指标;修改了锅水中 pH 上限值;增加了铁、油、酚酞碱度、溶解氧指标(见表 5, 2008 年版的表 3 和表 4);
- 删除了补给水水质中锅炉排污率控制要求(见 2008 年版的 4.5.4);
- 水质分析方法中,浊度测定方法由 2008 年版附录 A 改为 GB/T 15893.1 方法;油的测定删除了 2008 年版附录 C 方法;全铁测定增加了 GB/T 14427 方法;溶解固形物测定增加了 GB/T 14415 方法,新增加了 GB/T 13689 铜的测定方法;氯化物测定(硫氰化铵滴定法)由 2008 年版附录 G 改为 GB/T 29340 方法(见第 5 章,2008 年版第 5 章、附录 A、附录 C 和附录 G);
- 修改了附录 B 的 B.4.2(见 B.4.2,2008 年版的 D.4.2);
- 删除了 2008 年版附录 A、附录 C 和附录 G(见 2008 年版的附录 A、附录 C 和附录 G)。

本标准由全国锅炉压力容器标准化技术委员会(SAC/TC 262)提出并归口。

本标准起草单位:中国锅炉水处理协会、广州市特种承压设备检测研究院、宁波市特种设备检验研究院、江苏省特种设备安全监督检验研究院常州分院、河南省锅炉压力容器安全检测研究院、江苏省特种设备安全监督检验研究院无锡分院、山东省特种设备检验研究院淄博分院、上海昱真水处理科技有限公司、汇科琪(天津)水质添加剂有限公司、大连市锅炉压力容器检验研究院、北京康洁之晨水处理技术有限公司、北京英瀚环保设备有限公司、深圳市特种设备安全检验研究院。

本标准主要起草人:王骄凌、杨麟、周英、胡月新、卢丽芳、邓宏康、张文辉、王雅珍、冯培轩、赵博、张居光、王世杰、李向书、陈家聪、郭琳媛。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 1576—1979、GB 1576—1985、GB 1576—1996、GB 1576—2001、GB/T 1576—2008。

工业锅炉水质

1 范围

本标准规定了工业锅炉运行时给水、锅水、蒸汽回水以及补给水的水质要求。

本标准适用于额定出口蒸汽压力小于 3.8 MPa,且以水为介质的固定式蒸汽锅炉、汽水两用锅炉和热水锅炉。

本标准不适用于铝材制造的锅炉。

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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则
- GB/T 6904 工业循环冷却水及锅炉用水中 pH 的测定
- GB/T 6907 锅炉用水和冷却水分析方法 水样的采集方法
- GB/T 6908 锅炉用水和冷却水分析方法 电导率的测定
- GB/T 6909 锅炉用水和冷却水分析方法 硬度的测定
- GB/T 6913 锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定
- GB/T 12145 火力发电机组及蒸汽动力设备水汽质量
- GB/T 12151 锅炉用水和冷却水分析方法 浊度的测定(福马肼浊度)
- GB/T 12152 锅炉用水和冷却水中油含量的测定
- GB/T 12157 工业循环冷却水和锅炉用水中溶解氧的测定
- GB/T 13689 工业循环冷却水和锅炉用水中铜的测定
- GB/T 14415 工业循环冷却水和锅炉用水中固体物质的测定
- GB/T 14427 锅炉用水和冷却水分析方法 铁的测定
- GB/T 15453 工业循环冷却水和锅炉用水中氯离子的测定
- GB/T 15893.1 工业循环冷却水中浊度的测定 散射光法
- GB/T 29340 锅炉用水和冷却水分析方法 氯化物的测定 硫氰化铵滴定法
- DL/T 502.1 火力发电厂水汽分析方法 第 1 部分:总则
- DL/T 502.25 火力发电厂水汽分析方法 第 25 部分:全铁的测定(磺基水杨酸分光光度法)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

原水 raw water

锅炉补给水的水源水。

3.2

软化水 softened water

除掉全部或大部分钙、镁离子后的水。

3.3

除盐水 desalted water

利用各种水处理工艺,除去悬浮物、胶体和阴、阳离子等水中杂质后,所得到的成品水。

注:本标准中的除盐水主要指经反渗透或反渗透加离子交换处理的水。

3.4

补给水 make-up water

用来补充锅炉及供热系统汽、水损耗的水。

3.5

给水 boiler feed water

直接进入锅炉的水,通常由补给水、回水和疏水等组成。

3.6

锅水 boiler water

锅炉运行时,存在于锅炉中并吸收热量产生蒸汽或热水的水。

3.7

蒸汽锅炉回水 back water

蒸汽锅炉产生的蒸汽做功或热交换冷凝后返回到锅炉给水中的水。

3.8

天然碱度法 water treatment by natural occurring alkalinity in raw water

当原水中碱度大于硬度 1 mmol/L 以上,仅靠原水中的碱度及合理的排污就能够有效避免或减缓锅炉结垢、腐蚀的水处理方法。

3.9

锅内水处理 internal treatment

通过投加药剂、部分软化或天然碱度法等处理,并结合合理排污,防止或减缓锅炉结垢、腐蚀等的水处理方法。

3.10

锅外水处理 external treatment

原水在进入锅炉前,将其中对锅炉运行有害的杂质经过必要的工艺进行处理的水处理方法。

4 水质标准

4.1 通则

4.1.1 水质指标中硬度和碱度计量单位均以一价离子为基本单元。

4.1.2 溶解氧指标均为经过除氧处理后的控制指标。

4.1.3 锅水中的电导率和溶解固形物可选其中之一作为锅水浓度的控制指标。

4.1.4 锅水中的亚硫酸根指标适用于加亚硫酸盐作除氧剂的锅炉,磷酸根指标适用于以磷酸盐作阻垢剂的锅炉。

4.1.5 停(备)用锅炉启动时,8 h 内或者锅水浓缩 10 倍后锅水的水质应达到本标准的要求。

4.2 采用锅外水处理的自然循环蒸汽锅炉和汽水两用锅炉水质

4.2.1 采用锅外水处理的自然循环蒸汽锅炉和汽水两用锅炉的给水和锅水水质应符合表 1 的规定。

4.2.2 对于供汽轮机用汽的锅炉,蒸汽质量按照 GB/T 12145 中额定蒸汽压力 3.8 MPa~5.8 MPa 汽包炉标准执行。

4.2.3 额定蒸发量大于或等于 10 t/h 的锅炉,给水应除氧;额定蒸发量小于 10 t/h 的锅炉如果发现局部氧腐蚀,也应采取除氧措施。

表 1 采用锅外水处理的自然循环蒸汽锅炉和汽水两用锅炉水质

水样	额定蒸汽压力/MPa	$p \leq 1.0$		$1.0 < p \leq 1.6$		$1.6 < p \leq 2.5$		$2.5 < p < 3.8$	
	补给水类型	软化水	除盐水	软化水	除盐水	软化水	除盐水	软化水	除盐水
给水	浊度/FTU	≤ 5.0							
	硬度/(mmol/L)	≤ 0.03							$\leq 5 \times 10^{-3}$
	pH(25 °C)	7.0~10.5	8.5~10.5	7.0~10.5	8.5~10.5	7.0~10.5	8.5~10.5	7.5~10.5	8.5~10.5
	电导率(25 °C)/ ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	—		$\leq 5.5 \times 10^2$	$\leq 1.1 \times 10^2$	$\leq 5.0 \times 10^2$	$\leq 1.0 \times 10^2$	$\leq 3.5 \times 10^2$	≤ 80.0
	溶解氧 ^a /(mg/L)	≤ 0.10			≤ 0.050				
	油/(mg/L)	≤ 2.0							
	铁/(mg/L)	≤ 0.30					≤ 0.10		
锅水	全碱度 ^b / (mmol/L)	无过热器	4.0~26.0	≤ 26.0	4.0~24.0	≤ 24.0	4.0~16.0	≤ 16.0	≤ 12.0
		有过热器	—		≤ 14.0		≤ 12.0		
	酚酞碱度/ (mmol/L)	无过热器	2.0~18.0	≤ 18.0	2.0~16.0	≤ 16.0	2.0~12.0	≤ 12.0	≤ 10.0
		有过热器	—		≤ 10.0				
	pH(25 °C)		10.0~12.0					9.0~12.0	9.0~11.0
	电导率(25 °C)/ ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	无过热器	$\leq 6.4 \times 10^3$		$\leq 5.6 \times 10^3$		$\leq 4.8 \times 10^3$		$\leq 4.0 \times 10^3$
		有过热器	—	—	$\leq 4.8 \times 10^3$		$\leq 4.0 \times 10^3$		$\leq 3.2 \times 10^3$
	溶解固形物/ (mg/L)	无过热器	$\leq 4.0 \times 10^3$		$\leq 3.5 \times 10^3$		$\leq 3.0 \times 10^3$		$\leq 2.5 \times 10^3$
		有过热器	—		$\leq 3.0 \times 10^3$		$\leq 2.5 \times 10^3$		$\leq 2.0 \times 10^3$
	磷酸根/(mg/L)		—	10~30					5~20
	亚硫酸根/(mg/L)		—	10~30					5~10
相对碱度		< 0.2							
<p>注 1: 对于额定蒸发量小于或等于 4 t/h,且额定蒸汽压力小于或等于 1.0 MPa 的锅炉,电导率和溶解固形物指标可执行表 2。</p> <p>注 2: 额定蒸汽压力小于或等于 2.5 MPa 的蒸汽锅炉,补给水采用除盐处理,且给水电导率小于 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 的,可控制锅水 pH 值(25 °C)下限不低于 9.0、磷酸根下限不低于 5 mg/L。</p>									
<p>^a 对于供汽轮机用汽的锅炉给水溶解氧应小于或等于 0.050 mg/L。</p> <p>^b 对蒸汽质量要求不高,并且无过热器的锅炉,锅水全碱度上限值可适当放宽,但放宽后锅水的 pH(25 °C)不应超过上限。</p>									

4.3 采用锅内水处理的自然循环蒸汽锅炉和汽水两用锅炉水质

4.3.1 额定蒸发量小于或等于 4 t/h,并且额定蒸汽压力小于或等于 1.0 MPa 的自然循环蒸汽锅炉和汽

水两用锅炉可以采用单纯锅内加药、部分软化或天然碱度法等水处理方式,但应保证受热面平均结垢速率不大于 0.5 mm/a,其给水和锅水水质应符合表 2 的规定。

4.3.2 采用加药处理的锅炉,其加药后的汽、水质量不得影响生产和生活。

表 2 采用锅内水处理的自然循环蒸汽锅炉和汽水两用锅炉水质

水样	项目	标准值
给水	浊度/FTU	≤20.0
	硬度/(mmol/L)	≤4
	pH(25 °C)	7.0~10.5
	油/(mg/L)	≤2.0
	铁/(mg/L)	≤0.30
锅水	全碱度/(mmol/L)	8.0~26.0
	酚酞碱度/(mmol/L)	6.0~18.0
	pH(25 °C)	10.0~12.0
	电导率(25 °C)/(μS/cm)	≤8.0×10 ³
	溶解固形物/(mg/L)	≤5.0×10 ³
	磷酸根/(mg/L)	10~50

4.4 贯流和直流蒸汽锅炉水质

4.4.1 贯流和直流蒸汽锅炉给水和锅水水质应符合表 3 的规定。

4.4.2 贯流蒸汽锅炉汽水分离器中返回到下集箱的疏水量,应保证锅水符合本标准;直流蒸汽锅炉汽水分离器中返回到除氧热水箱的疏水量,应保证给水符合本标准。

表 3 贯流和直流蒸汽锅炉水质

水样	锅炉类型	贯流蒸汽锅炉			直流蒸汽锅炉		
	额定蒸汽压力/(MPa)	$p \leq 1.0$	$1.0 < p \leq 2.5$	$2.5 < p < 3.8$	$p \leq 1.0$	$1.0 < p \leq 2.5$	$2.5 < p < 3.8$
	补给水类型	软化或除盐水			软化或除盐水		
给水	浊度/(FTU)	≤5.0			—		
	硬度/(mmol/L)	≤0.03	≤5×10 ⁻³		≤0.03	≤5×10 ⁻³	
	pH(25 °C)	7.0~9.0			10.0~12.0	9.0~12.0	
	溶解氧/(mg/L)	≤0.50			≤0.50		
	油/(mg/L)	≤2.0			≤2.0		
	铁/(mg/L)	≤0.30	≤0.10		—		
	全碱度/(mmol/L)	—			4.0~16.0	4.0~12.0	≤12.0
	酚酞碱度/(mmol/L)	—			2.0~12.0	2.0~10.0	≤10.0
	电导率(25 °C)/(μS/cm)	≤4.5×10 ²	≤4.0×10 ²	≤3.0×10 ²	≤5.6×10 ³	≤4.8×10 ³	≤4.0×10 ³
	溶解固形物/(mg/L)	—			≤3.5×10 ³	≤3.0×10 ³	≤2.5×10 ³
	磷酸根/(mg/L)	—			10~50		5~30
	亚硫酸根/(mg/L)	—			10~50	10~30	10~20

表 3 (续)

水样	锅炉类型	贯流蒸汽锅炉			直流蒸汽锅炉		
	额定蒸汽压力/(MPa)	$p \leq 1.0$	$1.0 < p \leq 2.5$	$2.5 < p < 3.8$	$p \leq 1.0$	$1.0 < p \leq 2.5$	$2.5 < p < 3.8$
	补给水类型	软化或除盐水			软化或除盐水		
锅水	全碱度/(mmol/L)	2.0~16.0	2.0~12.0	≤ 12.0	—		
	酚酞碱度/(mmol/L)	1.6~12.0	1.6~10.0	≤ 10.0	—		
	pH(25 °C)	10.0~12.0			—		
	电导率(25 °C)/($\mu\text{S}/\text{cm}$)	$\leq 4.8 \times 10^3$	$\leq 4.0 \times 10^3$	$\leq 3.2 \times 10^3$	—		
	溶解固形物/(mg/L)	$\leq 3.0 \times 10^3$	$\leq 2.5 \times 10^3$	$\leq 2.0 \times 10^3$	—		
	磷酸根/(mg/L)	10~50		10~20	—		
	亚硫酸根/(mg/L)	10~50	10~30	10~20	—		
<p>注 1: 直流锅炉给水取样点可设定在除氧热水箱出口处。</p> <p>注 2: 直流蒸汽锅炉给水溶解氧≤ 0.05 mg/L 的, 给水 pH 下限可放宽至 9.0。</p> <p>注 3: 补给水采用除盐处理, 且电导率小于 $10 \mu\text{S}/\text{cm}$ 时, 贯流锅炉的锅水和额定蒸汽压力不大于 2.5 MPa 的直流锅炉给水也可控制 pH(25 °C) 下限不低于 9.0、磷酸根下限不低于 5 mg/L。</p>							

4.5 蒸汽锅炉回水

4.5.1 蒸汽锅炉回水水质应符合表 4 的规定。

4.5.2 回水用作锅炉给水应当保证给水质量符合本标准相应的规定。

4.5.3 应根据回水可能受到的污染介质, 增加必要的检测项目。

表 4 蒸汽锅炉回水水质

硬度/(mmol/L)		铁/(mg/L)		铜/(mg/L)		油/(mg/L)
标准值	期望值	标准值	期望值	标准值	期望值	标准值
≤ 0.06	≤ 0.03	≤ 0.60	≤ 0.30	≤ 0.10	≤ 0.050	≤ 2.0
注: 回水系统中不含铜材质的, 可以不测铜。						

4.6 热水锅炉水质

4.6.1 热水锅炉补给水和锅水水质应符合表 5 的规定。

4.6.2 对于有锅筒(壳), 且额定功率小于或等于 4.2 MW 承压热水锅炉和常压热水锅炉, 可采用单纯锅内加药、部分软化或天然碱度法等水处理, 但应保证受热面平均结垢速率不大于 0.5 mm/a。

4.6.3 额定功率大于或等于 7.0 MW 的承压热水锅炉应除氧, 额定功率小于 7.0 MW 的承压热水锅炉, 如果发现氧腐蚀, 需采用除氧、提高 pH 或加缓蚀剂等防腐措施。

4.6.4 采用加药处理的锅炉, 加药后的水质不得影响生产和生活。

表 5 热水锅炉水质

水样		额定功率/MW	
		≤4.2	不限
		锅内水处理	锅外水处理
补给水	硬度/(mmol/L)	≤6 ^a	≤0.6
	pH(25℃)	7.0~11.0	
	浊度/FTU	≤20.0	≤5.0
	铁/(mg/L)	≤0.30	
	溶解氧/(mg/L)	≤0.10	
锅水	pH(25℃)	9.0~12.0	
	磷酸根/(mg/L)	10~50	5~50
	铁/(mg/L)	≤0.50	
	油/(mg/L)	≤2.0	
	酚酞碱度/(mmol/L)	≥2.0	
	溶解氧/(mg/L)	≤0.50	

^a 使用与结垢物质作用后不生成固体不溶物的阻垢剂,补给水硬度可放宽至小于或等于 8.0 mmol/L。

4.7 余热锅炉水质

余热锅炉的水质指标应符合同类型、同参数锅炉的要求。

4.8 补给水水质

- 4.8.1 应根据锅炉的类型、参数、回水利用率、排污率、原水水质,选择补给水处理方式。
- 4.8.2 补给水处理方式应保证给水水质符合本标准。
- 4.8.3 软水器再生后出水氯离子含量不得大于进水氯离子含量 1.1 倍。

5 水质分析方法

- 5.1 试剂的纯度应符合 GB/T 6903 的规定;分析实验室用水应符合 GB/T 6682 二级水的规定。
- 5.2 标准溶液配制和标定的方法应符合 GB/T 601 的规定。
- 5.3 水样的采集方法应符合 GB/T 6907 的规定。
- 5.4 水质分析的工作步骤按 DL/T 502.1 规定的次序进行。平行试验的测定次数符合 GB/T 6903 的规定。
- 5.5 浊度的测定应根据具体条件选择 GB/T 12151 或 GB/T 15893.1 规定的方法进行,测定结果有争议时,以 GB/T 12151 为仲裁方法。
- 5.6 硬度的测定应根据水质范围选择 GB/T 6909 规定的方法进行。
- 5.7 pH 的测定应根据水的性质选择 GB/T 6904 规定的方法进行。
- 5.8 溶解氧的测定根据具体情况选择合适的方法,一般锅炉使用单位可按 GB/T 12157 规定的方法进行粗略测定,检验机构应按附录 A 规定的方法进行准确测定。
- 5.9 油的测定应根据具体条件选择 GB/T 12152 规定的方法进行。

- 5.10 铁的测定根据水中含铁量选择合适的方法,一般含铁量较高的水样可按 DL/T 502.25 规定的方法进行,含铁量较低的水样应按 GB/T 14427 规定的方法进行。
- 5.11 铜的测定按 GB/T 13689 规定的方法进行。
- 5.12 电导率的测定按 GB/T 6908 规定的方法进行。
- 5.13 溶解固形物的测定按 GB/T 14415 或附录 B 的分析方法进行测定。溶解固形物也可以采用附录 C 的方法来间接测定,但溶解固形物与电导率或氯离子的比值关系应根据试验确定,并定期进行复测和修正;当测定结果有争议时,以附录 B 为仲裁方法。
- 5.14 磷酸根的测定应根据具体情况选择合适的方法,一般锅炉使用单位可按附录 D 规定的方法进行粗略测定,检验机构应按 GB/T 6913 规定的方法进行准确测定。
- 5.15 氯离子的测定应根据水中干扰物质的成分选择合适的方法,一般水样按 GB/T 15453 规定的方法进行,当水样中存在影响氯离子测定的阻垢剂等物质时,按 GB/T 29340 规定的方法进行。
- 5.16 全碱度和酚酞碱度的测定按附录 E 规定的方法进行。
- 5.17 亚硫酸盐的测定按附录 F 规定的方法进行。
- 5.18 锅水相对碱度的测定按附录 E 分别测定酚酞碱度(JD_P)和全碱度(JD),再按附录 B 或附录 C 测定溶解固形物。锅水相对碱度按式(1)计算:

$$JD_{XD} = \frac{(2 \times JD_P - JD) \times 40}{RG} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- JD_{XD}——锅水相对碱度;
- JD_P ——锅水酚酞碱度,单位为毫摩尔每升(mmol/L);
- JD ——锅水全碱度,单位为毫摩尔每升(mmol/L);
- RG ——锅水溶解固形物,单位为毫克每升(mg/L);
- 40 ——氢氧化钠(NaOH)的摩尔质量,40 g/mol。

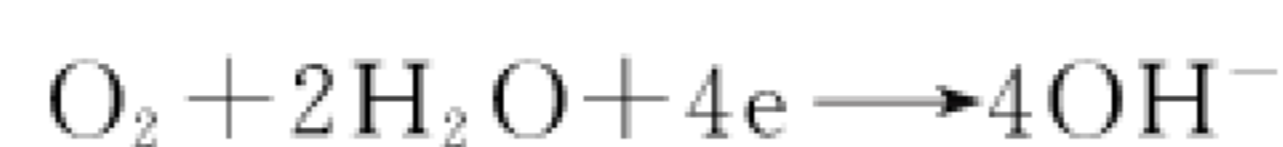
附 录 A
(规范性附录)

溶解氧的测定(氧电极法)

A.1 概要

溶解氧测定仪的氧敏感薄膜电极由两个与电解质相接触的金属电极(阴极/阳极)及选择性薄膜组成。选择性薄膜只能透过氧气和其他气体,水和可溶性物质不能透过。当水样流过允许氧透过的选择性薄膜时,水样中的氧将透过膜扩散,其扩散速率取决于通过选择性薄膜的氧分子浓度和温度梯度。透过膜的氧气在阴极上还原,产生微弱的电流,在一定温度下其大小和水样溶解氧含量成正比。

在阴极上的反应是氧被还原成氢氧化物:



在阳极上的反应是金属阳极被氧化成金属离子:



A.2 仪器

A.2.1 溶解氧测定仪

溶解氧测定仪一般分为原电池式和极谱式(外加电压)两种类型,其中根据其测量范围和精确度的不同,又有多种型号。测定时应根据被测水样中的溶解氧含量和测量要求,选择合适的仪器型号。测定一般水样和测定溶解氧含量 ≤ 0.1 mg/L工业锅炉给水时,可选用不同量程的常规溶解氧测定仪;当测定溶解氧含量 ≤ 20 $\mu\text{g/L}$ 水样时,应选用高灵敏度溶解氧测定仪。

A.2.2 温度计

温度计精确至 0.5 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3 试剂

A.3.1 亚硫酸钠。

A.3.2 二价钴盐($\text{CoCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。

A.4 测定方法

A.4.1 仪器的校正

A.4.1.1 按仪器使用说明书装配电极和流动测量池。

A.4.1.2 调节:按仪器说明书进行调节和温度补偿。

A.4.1.3 零点校正:将电极浸入新配置的每升含 100 g 亚硫酸钠和 100 mg 二价钴盐的二级水中,进行校零。

A.4.1.4 校准:按仪器说明书进行校准。一般溶解氧测定仪可在空气中校准。

A.4.2 水样测定

A.4.2.1 调整被测水样的温度在 5 °C~40 °C,水样流速在 100 mL/min 左右,水样压力小于 0.4 MPa。

A.4.2.2 将测量池与被测水样的取样管用乳胶管或橡皮管连接好,测量水温,进行温度补偿。

A.4.2.3 根据被测水样溶解氧的含量,选择合适的测定量程,启动测量开关进行测定。

A.5 注意事项

A.5.1 原电池式溶解氧测定仪接触氧可自发进行反应,因此不测定时,电极应保存在每升含 100 g 亚硫酸钠和 100 mg 二价钴盐的二级水中并使其短路,以免消耗电极材料,影响测定。极谱式溶解氧测定仪不使用时,应用加有适量二级水的保护套保护电极,防止电极薄膜干燥及电极内的电解质溶液蒸发。

A.5.2 电极薄膜表面要保持清洁,不要触碰器皿壁,也不要用手触摸。

A.5.3 当仪器难以调节至校正值,或仪器响应慢、数值显示不稳定时,应及时更换电极中的电解质和电极薄膜(原电池式仪器需更换电池)。电极薄膜在更换后和使用中应始终保持表面平整,没有气泡,否则需要重新更换安装。

A.5.4 更换电解质和电极薄膜后,或氧敏感薄膜电极干燥时,应将电极浸入到二级水中,使电极薄膜表面湿润,待读数稳定后再进行校准。

A.5.5 如水样中含有藻类、硫化物、碳酸盐等物质,长期与电极接触可能使电极薄膜表面污染或损坏。

A.5.6 溶解氧测定仪应定期进行校准。

附 录 B
(规范性附录)
溶解固形物的测定(重量法)

B.1 概要

B.1.1 溶解固形物是指已被分离悬浮固形物后的滤液经蒸发干燥所得的残渣。

B.1.2 测定溶解固形物有三种方法,第一种方法适用于碱度较低的一般水样;第二种方法适用于全碱度 ≥ 4 mmol/L的水样;第三种方法适用于含有大量吸湿性很强的固体物质(如氯化钙、氯化镁、硝酸钙、硝酸镁等)的水样。

B.2 仪器

B.2.1 水浴锅或 400 mL 烧杯。

B.2.2 100 mL~200 mL 瓷蒸发皿。

B.2.3 分辨率为 0.1 mg 的分析天平。

B.3 试剂

B.3.1 碳酸钠标准溶液(1 mL 含 10 mg Na_2CO_3),配制和标定的方法见 GB/T 601。

B.3.2 $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.1$ mol/L 硫酸标准溶液,配制和标定的方法见 GB/T 601。

B.4 测定方法

B.4.1 第一种方法测定步骤

B.4.1.1 取一定量已过滤充分摇匀的澄清水样(水样体积应使蒸干残留物的称量在 100 mg 左右),逐次注入经烘干至恒重的蒸发皿中,在水浴锅上蒸干。

B.4.1.2 将已蒸干的样品连同蒸发皿移入 105 °C~110 °C 的烘箱中烘 2 h。

B.4.1.3 取出蒸发皿放在干燥器内冷却至室温,迅速称量。

B.4.1.4 在相同条件下再烘 0.5 h,冷却后再次称量,如此反复操作直至恒重。

B.4.1.5 溶解固形物含量(RG)按式(B.1)计算:

$$RG = \frac{m_1 - m_2}{V} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

RG ——溶解固形物含量,单位为毫克每升(mg/L);

m_1 ——蒸干的残留物与蒸发皿的总质量,单位为毫克(mg);

m_2 ——空蒸发皿的质量,单位为毫克(mg);

V ——水样的体积,单位为毫升(mL)。

B.4.2 第二种方法测定步骤

B.4.2.1 按 B.4.1.1~B.4.1.4 的测定步骤进行操作。

B.4.2.2 另取 100 mL 已过滤充分摇匀的澄清锅炉水样注于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 滴~3 滴酚酞指示剂(10 g/L),若溶液若显红色,用 $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)$ 0.1 mol/L 硫酸标准溶液滴定至恰好无色,记录耗酸体积 V_1 ,再加入 2 滴甲基橙指示剂(1 g/L),继续用硫酸标准溶液滴定至橙红色,记录第二次耗酸体积 V_2 (不包括 V_1)。

B.4.2.3 溶解固形物含量(RG)按式(B.2)计算:

$$\text{RG} = \frac{m_1 - m_2}{V} \times 1\,000 + 0.59cV_T \times 44 \dots\dots\dots(\text{B.2})$$

式中:

RG、 m_1 、 m_2 、 V ——同式(B.1);

c ——硫酸标准溶液准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_T ——滴定时碳酸盐所消耗的硫酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);(当 $V_1 > V_2$ 时,
 $V_T = V_2$;当 $V_1 \leq V_2$ 时, $V_T = V_1 + V_2$);

0.59 ——碳酸钠水解成 CO_2 后在蒸发过程中损失质量的换算系数;

44 —— CO_2 摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

B.4.3 第三种方法测定步骤

B.4.3.1 取一定量充分摇匀的水样(水样体积应使蒸干残留物的称量在 100 mg 左右),加入 20 mL 碳酸钠标准溶液,逐次注入经烘干至恒重的蒸发皿中,在水浴锅上蒸干。

B.4.3.2 按 B.4.1.2、B.4.1.3、B.4.1.4 的测定步骤进行操作。

B.4.3.3 溶解固形物含量(RG)按式(B.3)计算:

$$\text{RG} = \frac{m_1 - m_2 - 10 \times 20}{V} \times 1\,000 \dots\dots\dots(\text{B.3})$$

式中:

RG、 m_1 、 m_2 、 V ——同式(B.1);

10 ——碳酸钠标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

20 ——加入碳酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

B.5 注意事项

B.5.1 为防止蒸干、烘干过程中落入杂物而影响试验结果,应在蒸发皿上放置玻璃三角架并加盖表面皿。

B.5.2 测定溶解固形物使用的瓷蒸发皿,可用石英蒸发皿代替。如果不测定灼烧减量,也可以用玻璃蒸发皿代替瓷蒸发皿。

B.6 精密度和准确度

B.6.1 分别取溶解固形物含量为 2 482 mg/L 和 3 644 mg/L 的同一水样,由 5 个实验室分别按 B.4.2 的方法进行溶解固形物的重复性测定和加标回收率试验。

B.6.2 重复性:实验室内最大相对标准偏差分别为 2.7% 和 2.1%。

B.6.3 再现性:实验室间最大相对标准偏差分别为 3.9% 和 2.6%。

B.6.4 准确度:加标回收率范围分别为 93.3%~102% 和 92.7%~101%。

附录 C
(规范性附录)

锅水溶解固形物的间接测定

C.1 固导比法

C.1.1 概要

C.1.1.1 溶解固形物的主要成分是可溶解于水的盐类物质。由于溶解于水的盐类物质属于强电解质，在水溶液中基本上都电离成阴、阳离子而具有导电性，而且电导率的大小与其浓度成一定比例关系。根据溶解固形物与电导率的比值(以下简称“固导比”)，只要测定电导率就可近似地间接测定溶解固形物的含量，这种测定方法简称固导比法。

C.1.1.2 由于各种离子在溶液中的迁移速度不一样，其中以 H⁺ 最大，OH⁻ 次之，K⁺、Na⁺、Cl⁻、NO³⁻ 离子相近，HCO₃⁻、HSiO₃⁻ 等离子半径较大的一价阴离子为最小。因此，同样浓度的酸、碱、盐溶液电导率相差很大。采用固导比法时，对于酸性或碱性水样，为了消除 H⁺ 和 OH⁻ 的影响，测定电导率时应预先中和水样。

C.1.1.3 本方法适用于离子组成相对稳定的锅水溶解固形物的测定。对于采用不同水源的锅炉，或采用除盐水作补给水的锅炉，如果离子组成差异较大，应分别测定其固导比。

C.1.2 固导比的测定

C.1.2.1 取一系列不同浓度的锅水，分别用 B.4.2 的方法测定溶解固形物的含量。

C.1.2.2 取 50 mL~100 mL 与 C.1.2.1 对应的不同浓度的锅水，分别加入 2 滴~3 滴酚酞指示剂(10 g/L)，若显红色，用 c(1/2H₂SO₄)=0.1 mol/L 硫酸标准溶液滴定至恰好无色。再按 GB/T 6908 的方法测定其电导率。

C.1.2.3 用回归方程计算固导比 K_D。

C.1.3 溶解固形物的测定

C.1.3.1 取 50 mL~100 mL 的锅水，加入 2 滴~3 滴酚酞指示剂(10 g/L)，若显红色，用 c(1/2 H₂SO₄)=0.1 mol/L 硫酸标准溶液滴定至恰好无色，按 GB/T 6908 的方法测定其电导率 S。

C.1.3.2 按式(C.1)计算锅水溶解固形物的含量：

$$RG = S \times K_D \quad \dots\dots\dots(C.1)$$

式中：

RG ——溶解固形物含量，单位为毫克每升(mg/L)；

S ——水样在中和酚酞碱度后的电导率，单位为微西门子每厘米(μS/cm)；

K_D ——固导比[(mg/L)/(μS/cm)]。

C.1.4 注意事项

C.1.4.1 由于水源中各种离子浓度的比例在不同季节时变化较大，固导比也会随之发生改变。因此，应根据水源水质的变化情况定期校正锅水的固导比。

C.1.4.2 对于同一类天然淡水，以温度 25 ℃时为准，电导率与含盐量大致成比例关系，其比例约为：1 μS/cm 相当于 0.55 mg/L~0.90 mg/L。在其他温度下测定需加以校正，每变化 1 ℃含盐量大约变

化 2%。

C.1.4.3 当电解质溶液的浓度不超过 20% 时,电解质溶液的电导率与溶液的浓度成正比,当浓度过高时,电导率反而下降,这是因为电解质溶液的表现离解度下降。因此,一般用各种电解质在无限稀释时的等量电导来计算该溶液的电导率与溶解固形物的关系。

C.1.5 精密度和准确度

C.1.5.1 分别取溶解固形物含量为 2 482 mg/L 和 3 644 mg/L 的同一水样,由 5 个实验室分别按 C.1.3 方法进行溶解固形物的重复性测定,并与采用 B.4.2 方法的测定结果进行比对。

C.1.5.2 重复性:实验室内最大相对标准偏差分别为 2.4% 和 1.6%。

C.1.5.3 再现性:实验室间最大相对标准偏差分别为 3.7% 和 2.8%。

C.1.5.4 准确度:C.1.3 方法与 B.4.2 方法的测定结果相比对,相对误差范围为 -4.3%~5.7%。

C.2 固氯比法

C.2.1 概要

C.2.1.1 在高温锅水中,氯化物具有不易分解、挥发、沉淀等特性,因此锅水中氯化物的浓度变化往往能够反映出锅水的浓缩倍率。在一定的水质条件下,锅水中的溶解固形物含量与氯离子的含量之比(以下简称“固氯比”)接近于常数,所以在水源水质变化不大和水处理稳定的情况下,根据溶解固形物与氯离子的比值关系,只要测出氯离子的含量就可近似地间接测得溶解固形物的含量,这个方法简称为固氯比法。该方法仅适用于锅炉使用单位在水源水和水处理方法及水处理药剂不变、加药量稳定的情况。

C.2.1.2 本方法适用于氯离子与溶解固形物含量之比值相对稳定的锅水溶解固形物的测定。本方法不适用于以除盐水作补给水的锅炉水溶解固形物的测定。

C.2.2 固氯比的测定

C.2.2.1 取一系列不同浓度的锅水,分别用 B.4.2 的方法测定溶解固形物的含量。

C.2.2.2 取一定体积的与 C.2.2.1 对应的不同浓度的锅水,按 GB/T 15453 或 GB/T 29340 的方法分别测定其氯离子含量。

C.2.2.3 用回归方程计算固氯比 K_L 。

C.2.3 固氯比法测定溶解固形物

C.2.3.1 取一定体积的锅水按 GB/T 15453 或 GB/T 29340 的方法测定其氯离子含量。

C.2.3.2 按式(C.2)计算锅水溶解固形物的含量

$$RG = \rho_{Cl^-} \times K_L \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

RG ——溶解固形物含量,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_{Cl^-} ——水样中氯离子含量,单位为毫克每升(mg/L);

K_L ——固氯比。

C.2.4 注意事项

C.2.4.1 由于水源水中各种离子浓度的比例在不同季节时变化较大,固氯比也会随之发生改变。因此,应根据水源水质的变化情况定期校正锅水的固氯比。

C.2.4.2 离子交换器(软水器)再生后,应将残余的再生剂清洗干净(洗至交换器出水的 Cl^- 与进水 Cl^-

含量基本相同),否则残留的 Cl^- 进入锅内,将会改变锅水的固氯比,影响测定的准确性。

C.2.4.3 采用无机阻垢药剂进行加药处理的锅炉,加药量应均匀,避免加药间隔时间过长或一次性加药量过大而造成固氯比波动大,影响溶解固形物测定的准确性。

C.2.5 精密度和准确度

C.2.5.1 分别取溶解固形物含量为 2 482 mg/L 和 3 644 mg/L 的同一水样,由 5 个实验室分别按 C.2.3 方法进行溶解固形物的重复性测定,并与采用 B.4.2 方法的测定结果进行比对。

C.2.5.2 重复性:实验室内最大相对标准偏差分别为 5.3%和 4.6%。

C.2.5.3 再现性:实验室间最大相对标准偏差分别为 6.2%和 5.8%。

C.2.5.4 准确度:C.2.3 方法与 B.4.2 方法的测定结果相比对,相对误差范围为 7.3%~8.4%。

附录 D

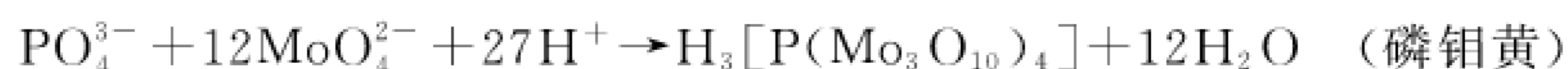
(规范性附录)

磷酸盐的测定(磷钼蓝比色法)

D.1 概要

D.1.1 在 $c(\text{H}^+) = 0.6 \text{ mol/L}$ 的酸度下,磷酸根与钼酸铵生成磷钼黄,用氯化亚锡还原成磷钼蓝后,与同时配制的标准色进行比色测定。其反应为:

磷酸根与钼酸铵反应生成磷钼黄:



磷钼黄被氯化亚锡还原成磷钼蓝:



D.1.2 磷钼蓝比色法仅供现场测定,适用于磷酸盐含量为 $2 \text{ mg/L} \sim 50 \text{ mg/L}$ 的水样。

D.2 仪器

具有磨口塞的 25 mL 比色管。

D.3 试剂及其配制

D.3.1 磷酸盐标准溶液(1 mL 含 1 mg 磷酸根):称取在 $105 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥过的磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 1.433 g ,溶于少量二级水中后,稀释至 $1\,000 \text{ mL}$ 。

D.3.2 磷酸盐工作溶液(1 mL 含 0.1 mg 磷酸根):取磷酸盐标准溶液(D.3.1),用二级水准确稀释 10 倍。

D.3.3 钼酸铵-硫酸混合溶液:于 600 mL 二级水中缓慢加入 167 mL 浓硫酸(密度 1.84 g/cm^3),冷却至室温。称取 20 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{21} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,研磨后溶于上述硫酸溶液中,用二级水稀释至 $1\,000 \text{ mL}$ 。

D.3.4 氯化亚锡甘油溶液(15 g/L):称取 1.5 g 优级纯氯化亚锡于烧杯中,加 20 mL 浓盐酸(密度为 1.19 g/cm^3),加热溶解后,再加 80 mL 纯甘油(丙三醇),搅匀后将溶液转入塑料瓶中备用(此溶液易被氧化,需密封保存,室温下使用期限不应超过 20 天)。

D.4 测定方法

D.4.1 量取 0 mL 、 0.10 mL 、 0.20 mL 、 0.40 mL 、 0.60 mL 、 0.80 mL 、 1.00 mL 、 1.50 mL 、 2.00 mL 、 2.50 mL 磷酸盐工作溶液(1 mL 含 0.1 mg 磷酸根)以及 5 mL 经中速滤纸过滤后的水样,分别注入一组比色管中,用二级水稀释至约 20 mL ,摇匀。

D.4.2 在上述比色管中各加入 2.5 mL 钼酸铵-硫酸混合溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

D.4.3 在每支比色管中加入 2 滴~3 滴氯化亚锡甘油(15 g/L)溶液,摇匀,待 2 min 后进行比色。

D.4.4 水样中磷酸根(PO_4^{3-})的含量按式(D.1)计算:

$$\rho_{\text{PO}_4^{3-}} = \frac{0.1 \times V_1}{V_s} \times 1\,000 = \frac{V_1}{V_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中：

$\rho_{\text{PO}_4^{3-}}$ ——磷酸根含量,单位为毫克每升(mg/L)；

0.1 ——磷酸盐工作溶液的浓度,1 mL 含 0.1 mg PO_4^{3-} ；

V_1 ——与水样颜色相当的标准色溶液中加入的磷酸盐工作溶液的体积,单位为毫升(mL)；

V_s ——水样的体积,单位为毫升(mL)。

D.5 注意事项

D.5.1 水样与标准色应同时配制显色。

D.5.2 为加快水样显色速度,以及避免硅酸盐干扰,显色时水样的酸度(H^+)应维持在 0.6 mol/L。

D.5.3 磷酸盐的含量不在 2 mg/L~50 mg/L 内时,应酌情增加或减少水样量。

D.6 精密度

磷酸盐测定的精密度见表 D.1。

表 D.1 磷酸盐测定的精密度

磷酸盐范围/(mg/L)	重复性/(mg/L)	再现性/(mg/L)
0~10	0.6	1.4
>10~20	1.0	2.6
>20~40	1.8	3.8

附 录 E

(规范性附录)

碱度的测定(酸碱滴定法)

E.1 概要

E.1.1 水的碱度是指水中含有能接受氢离子的物质的量,例如氢氧根、碳酸盐、重碳酸盐、磷酸盐、磷酸氢盐、硅酸盐、硅酸氢盐、亚硫酸盐、腐殖酸盐和氨等,都是水中常见的碱性物质,它们都能与酸进行反应。因此,选用适宜的指示剂,以酸的标准溶液对它们进行滴定,便可测出水中碱度的含量。

E.1.2 碱度可分为酚酞碱度和全碱度两种。酚酞碱度是以酚酞作指示剂时所测出的量,其终点的 pH 值为 8.3。全碱度是以甲基橙作指示剂时测出的量,终点的 pH 值为 4.2。若碱度很小时,全碱度宜以甲基红-亚甲基蓝作指示剂,终点的 pH 值为 5.0。

E.1.3 本试验方法有两种:第一种方法适用于测定碱度较大的水样,如锅水、澄清水、冷却水、生水等,单位用毫摩尔每升(mmol/L)表示;第二种方法适用于测定碱度小于 0.5 mmol/L 的水样,如凝结水、除盐水等,单位用微摩尔每升($\mu\text{mol/L}$)表示。

E.2 试剂

E.2.1 酚酞指示剂(10 g/L,以乙醇为溶剂),按 GB/T 603 规定配制。

E.2.2 甲基橙指示剂(1 g/L),按 GB/T 603 规定配制。

E.2.3 甲基红-亚甲基蓝指示剂,按 GB/T 603 规定配制。

E.2.4 $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 硫酸标准溶液,按 GB/T 601 规定方法配制和标定。

E.2.5 $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.05 \text{ mol/L}$ 硫酸标准溶液,将 E.2.4 硫酸标准溶液用二级水准确稀释 1 倍。

E.2.6 $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.01 \text{ mol/L}$ 硫酸标准溶液,将 E.2.4 硫酸标准溶液用二级水准确稀释 10 倍。

E.3 仪器

E.3.1 25 mL 酸式滴定管。

E.3.2 5 mL 或 10 mL 微量滴定管。

E.3.3 250 mL 锥形瓶。

E.3.4 100 mL 量筒或 100 mL 移液管。

E.4 测定方法

E.4.1 碱度大于或等于 0.5 mmol/L 水样的测定方法(如锅水、化学净水、冷却水、生水等)

取 100 mL 透明水样注于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 滴~3 滴 1% 酚酞指示剂,此时溶液若显红色,则用 $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.0500 \text{ mol/L}$ 或 0.1000 mol/L 硫酸标准溶液滴定至恰无色,记录耗酸体积 V_1 ,然后再加入 2 滴甲基橙指示剂,继续用硫酸标准溶液滴定至橙红色为止,记录第二次耗酸体积 V_2 (不包括 V_1)。

E.4.2 碱度小于 0.5 mmol/L 水样的测定方法(如凝结水、除盐水等)

取 100 mL 透明水样,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 滴~3 滴 1% 酚酞指示剂,此时溶液若显红色,

则用微量滴定管以 $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)=0.010\ 0\ \text{mol/L}$ 标准溶液滴定至恰无色,记录耗酸体积 V_1 ,然后再加入 2 滴甲基红-亚甲基蓝指示剂,再用硫酸标准溶液滴定,溶液绿色变为紫色,记录消耗酸体积 V_2 (不包括 V_1)。

E.4.3 无酚酞碱度时的测定方法

上述两种方法,若加酚酞指示剂后溶液不显红色,可直接加甲基橙或甲基红-亚甲基蓝指示剂,用硫酸标准溶液滴定,记录消耗酸体积 V_2 。

E.4.4 碱度的计算

上述被测定水样的酚酞碱度 JD_p 、全碱度 JD 按式(E.1)、式(E.2)计算:

$$\text{JD}_p = \frac{c \times V_1}{V_s} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(\text{E.1})$$

$$\text{JD} = \frac{c \times (V_1 + V_2)}{V_s} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(\text{E.2})$$

式中:

- JD_p ——酚酞碱度,单位为毫摩尔每升(mmol/L);
- JD ——全碱度,单位为毫摩尔每升(mmol/L);
- c ——硫酸标准溶液的准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——第一次滴定终点硫酸标准溶液消耗的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——第二次滴定终点硫酸标准溶液消耗的体积,单位为毫升(mL);
- V_s ——水样体积,单位为毫升(mL)。

E.5 注意事项

E.5.1 碱度计量单位(mmol/L),以等一价离子为基本单元。

E.5.2 水样中若残余氯含量大于 1 mg/L,会影响指示剂的颜色,可加入 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液 1~2 滴,消除残余氯(Cl_2)的影响。

E.6 精密度

碱度测定的精密度见表 E.1。

表 E.1 碱度测定的精密度

碱度范围/(mmol/L)	重复性/(mmol/L)	再现性/(mmol/L)
0~0.5	0.1	0.2
>0.5~5	0.2	0.3
>5~40	0.4	0.6

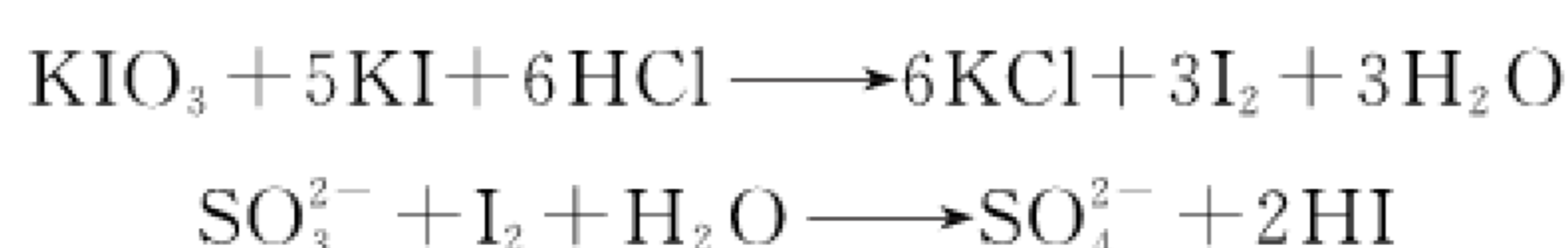
附 录 F

(规范性附录)

亚硫酸盐的测定(碘量法)

F.1 概要

F.1.1 在酸性溶液中,碘酸钾和碘化钾作用后析出的游离碘,将水中的亚硫酸根氧化成为硫酸根,过量的碘与淀粉作用呈现蓝色即为终点。其反应为:



F.1.2 此法适用于亚硫酸根含量大于 1 mg/L 的水样。

F.2 试剂及配制

F.2.1 碘酸钾-碘化钾标准溶液(1 mL 相当于 1 mg 亚硫酸根):依次精确称取优级纯碘酸钾(KIO_3) 0.891 8 g、碘化钾 7 g、碳酸氢钠 0.5 g,用二级水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度。

F.2.2 淀粉指示液(10 g/L):配制方法见 GB/T 603。

F.2.3 盐酸溶液(1+1)。

F.3 测定方法

F.3.1 取 100 mL 水样注于锥形瓶中,加 1 mL 淀粉指示剂和 1 mL 盐酸溶液(1+1)。

F.3.2 摇匀后,用碘酸钾-碘化钾标准溶液滴定至微蓝色,即为终点。记录消耗碘酸钾-碘化钾标准溶液的体积(V_1)。

F.3.3 在测定水样的同时,进行空白试验,作空白试验时记录消耗碘酸钾-碘化钾标准溶液的体积(V_2)。水样中亚硫酸根含量按式(F.1)计算:

$$\rho_{\text{SO}_3^{2-}} = \frac{(V_1 - V_2) \times 1.0}{V_s} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (\text{F.1})$$

式中:

$\rho_{\text{SO}_3^{2-}}$ ——亚硫酸根含量,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——水样消耗碘酸钾-碘化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白消耗碘酸钾-碘化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

1.0 ——碘酸钾-碘化钾标准溶液滴定度,1 mL 相当于 1.0 mg SO_3^{2-} ;

V_s ——水样的体积,单位为毫升(mL)。

F.4 测定水样时注意事项

F.4.1 在取样和进行滴定时均应迅速,以减少亚硫酸盐被空气氧化。

F.4.2 水样温度不可过高,以免影响淀粉指示剂的灵敏度而使结果偏高。

F.4.3 为了保证水样不受污染,取样瓶、烧杯等玻璃器皿,使用前均应用盐酸(1+1)煮洗。

F.5 精密度

亚硫酸盐测定的精密度见表 F.1。

表 F.1 亚硫酸盐测定的精密度

亚硫酸盐范围/(mg/L)	重复性/(mg/L)	再现性/(mg/L)
0~10	0.8	1.8
>10~20	1.2	2.8
>20~50	2.0	4.2