

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2156—91

工业循环冷却水中阴离子表面活性剂 的测定——亚甲蓝分光光度法

本标准参照采用国际标准 ISO 7875/1:1984《水质——表面活性剂的测定——第1部分：亚甲蓝分光光度法测定阴离子表面活性剂》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定工业循环冷却水中的阴离子表面活性剂的方法。

本标准适用于含量为 0.05~2.0mg/L 工业循环冷却水中阴离子表面活性剂(统称为亚甲蓝活性物质)的测定。

本标准不适用于有机硫酸盐或磷酸盐等阴离子物质和季铵盐化合物等阳离子物质的浓度(mg/L)分别超过直链烷基苯磺酸钠浓度的 15% 和 8% 时阴离子表面活性剂的测定。

2 引用标准

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 6682 实验室用水规格

3 方法提要

阳离子染料亚甲蓝与阴离子表面活性剂(统称亚甲蓝活性物质)反应生成蓝色离子缔合物,用氯仿萃取,在 652nm 处测量吸光度,由工作曲线求得阴离子表面活性剂的浓度。

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 GB 6682 中规定的三级水。

试验中所用制剂及制品按 GB 603 之规定配制。

- 4.1 氢氧化钠(GB 629)溶液:40g/L;
- 4.2 硫酸(GB 625);
- 4.3 硫酸(GB 625)溶液:1+35;
- 4.4 氯仿(GB 682);
- 4.5 甲醇(GB 683);
- 4.6 二水合磷酸二氢钠(GB 1267);
- 4.7 盐酸(GB 622)-乙醇(GB 679)溶液:3+17;
- 4.8 甲醛(GB 685)溶液:1+99;
- 4.9 直链烷基苯磺酸钠储备溶液:1.00mg/mL。

称取 0.100g 直链烷基苯磺酸钠标准物(其烷基碳链在 C_{10} ~ C_{13} 之间,平均碳数为 12,平均相对分子质量为 344.4),精确至 0.001g,溶于 50mL 水中,全部转移到 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,保存于 4℃ 冰箱中,有效期为两个月。

- 4.10 直链烷基苯磺酸钠标准溶液:10.0 μ g/mL。

中华人民共和国化学工业部 1991-09-16 批准

1992-01-01 实施

移取 10.00mL 直链烷基苯磺酸钠储备溶液(4.9)于 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。当天配制。

4.11 亚甲蓝(HGB 3394)溶液:

称取 50.0g 二水合磷酸二氢钠(4.6),精确至 0.1g,溶于 300mL 水中,移入 1 000mL 容量瓶内,缓慢加入 6.8mL 硫酸(4.2),摇匀;另称取 30.0mg 亚甲蓝(HGB 3394),精确至 0.1g,用 50mL 水溶解,移入上述容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。储存于棕色瓶中。

4.12 洗涤液:

称取 50.0g 二水合磷酸二氢钠(4.6),精确至 0.1g,溶于 300mL 水中,移入 1 000mL 容量瓶内,缓慢加入 6.8mL 硫酸(4.2),用水稀释至刻度,摇匀。

4.13 酚酞(GB 10729)指示剂:10.0g/L 乙醇溶液。

4.14 玻璃棉或脱脂棉:

在索氏抽提器(5.3)中用氯仿(4.4)提取 4h 后,取出干燥,保存在清洁的玻璃瓶内待用。

5 仪器设备

5.1 分光光度计;

5.2 分液漏斗:250mL。最好用聚四氟乙烯活塞;

5.3 索氏抽提器。

注:所用玻璃器皿在使用前先用水彻底洗涤,再用盐酸-乙醇溶液(4.7)清洗,最后用水冲洗干净。

6 采样

6.1 采样瓶应是经甲醇(4.5)清洗过的清洁的玻璃瓶。

6.2 如不能及时测定,试样要按下述办法处理。

6.2.1 试样保存期在 24h 内,可将试样冷藏于 4℃ 冰箱中。

6.2.2 保存期在 4d 以内时,可加甲醛溶液(4.8)。

6.2.3 保存期在 8d 以内时,则需用氯仿(4.4)饱和水样。

7 分析步骤

7.1 工作曲线的绘制

7.1.1 取一组分液漏斗(5.2)10 个,分别加入 100、99、97、95、93、91、89、87、85 和 80mL 水,再分别移入 0、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00、11.00、13.00、15.00 和 20.00mL 直链烷基苯磺酸钠标准溶液(4.10),摇匀。

7.1.2 加 1 滴酚酞指示剂(4.13),逐滴加入氢氧化钠溶液(4.1)至水溶液呈桃红色,再滴加硫酸溶液(4.3)至桃红色刚好消失。

7.1.3 加入 25.0mL 亚甲蓝溶液(4.11),摇匀后再加 10mL 氯仿(4.4),激烈摇动 30s,静置分层。

7.1.4 将氯仿层放入预先盛有 50mL 洗涤液(4.12)的第二个分液漏斗中。重复萃取两次,每次用 10mL 氯仿(4.4)。将每次的氯仿萃取液均收集到第二个分液漏斗中,激烈摇动 30s,静置分层。将氯仿层通过玻璃棉或脱脂棉(4.14),用 50mL 容量瓶收集;用氯仿(4.4)萃取洗涤液两次(每次用量为 5mL),此氯仿层也并入容量瓶中。用氯仿(4.4)稀释至刻度,摇匀,待测定用。

7.1.5 以空白试液为参比,用 10mm 比色皿于 652nm 处测量吸光度。

7.1.6 以测得的吸光度为纵坐标,相应的直链烷基苯磺酸钠含量(μg)为横坐标,绘制工作曲线。

7.2 试样体积

可按表 1 选择试样的体积。

表 1 试样体积的选择

预计的亚甲蓝活性物质浓度,mg/L	试样量,ml
0.05~2.0	100
2.0~10	20
10~20	10
20~40	5

当预计的亚甲蓝活性物质浓度超过 2mg/mL 时,按上表选取试样量,用水稀释至 100mL。

7.3 测定

7.3.1 水样中如有悬浮物,则在测定前应将水样预先经中速定性滤纸过滤。

7.3.2 将所取试样移入分液漏斗中,按 7.1.2~7.1.5 步骤操作。从工作曲线(7.1)上查得直链烷基苯磺酸钠的含量。

7.3.3 如水相中蓝色变淡或消失,说明水样中亚甲蓝活性物质浓度超过了预计量,以致加入的亚甲蓝全部被反应掉,应弃去试样,再取一份较少量的试样重新分析。

7.3.4 如水样中阴离子表面活性剂的含量较低,可将萃取用的氯仿总量降至 25mL。三次萃取用量分别为 10、5 和 5mL,再用 3~4mL 氯仿萃取洗涤液。此时检出下限可达到 0.02mg/L。

7.3.5 工作曲线的绘制和测定应用同一批氯仿、亚甲蓝溶液和洗涤液。

7.3.6 需要快速分析时,可采用一次萃取简化法。一次萃取的效率约为本法萃取效率的 90%。

8 分析结果的表述

以 mg/L 表示的试样中亚甲蓝活性物质(以平均相对分子质量为 344.4 的直链烷基苯磺酸钠计)的含量 X 按式(1)计算:

$$X = \frac{m}{V} \quad \text{..... (1)}$$

式中: m —— 从工作曲线上查得的直链烷基苯磺酸钠的含量, μg ;

V —— 试样体积, mL。

结果在 $\geq 1\text{mg/L}$ 时以三位有效数字表示;在 $< 1\text{mg/L}$ 时以二位有效数字表示。

9 允许差

重复性 r 与水中亚甲蓝活性物质含量 X 之间呈稳定型关系:

$$r = 0.044 \quad \text{..... (2)}$$

再现性 R 与 X 之间呈线性关系:

$$R = 0.035 + 0.011X \quad \text{..... (3)}$$

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。

本标准由天津化工研究院技术归口。

本标准由南京化工学院负责起草。

本标准主要起草人王镇浦、姚成、钱月红、申永存。