

循环冷却水 水质及水处理剂 标准应用指南

全国化学标准化技术委员会水处理剂分会 编

62



化学工业出版社

循环冷却水水质及 水处理剂标准应用指南

全国化学标准化技术委员会水处理剂分会 编

化学工业出版社

·北京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

循环冷却水水质及水处理剂标准应用指南/全国化学
标准化技术委员会水处理剂分会编. —北京: 化学工业出
版社, 2003. 10

ISBN 7-5025-4824-6

I. 循… II. 全… III. ①循环水: 冷却水-水质
标准-中国-指南②循环水: 冷却水-水处理剂-标准-中
国-指南 IV. TU991.21-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 086387 号

循环冷却水水质及水处理剂标准应用指南

全国化学标准化技术委员会水处理剂分会 编

责任编辑: 成荣霞 郭乃铎

责任校对: 凌亚男

封面设计: 关 飞

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010)64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

聚鑫印刷有限责任公司印刷厂印刷

三河市延风装订厂装订

开本 787 毫米×1092 毫米 1/16 印张 25½ 字数 638 千字

2003 年 10 月第 1 版 2003 年 10 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-4824-6/TQ·1828

定 价: 55.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

《循环冷却水水质及水处理剂标准应用指南》 编审人员名单

主 编：郑书忠

副主编：方燕萍 朱传俊 魏 静 庞如振 李风亭

编 委：邵宏谦 李 琳 刘燕飞 李润生 郭喜民

刘 昕 江霜英 李 英 纪 祥 常春华

赵荣明 谈菊瀚 白 莹

主 审：方燕萍

前 言

我国是水资源十分缺乏的国家之一，供水不足和水资源的污染严重地影响了人民生活、工农业生产及整个国民经济的发展。因此，节约用水、合理开发水资源、治理水污染已成为我国目前亟须解决的重大课题。只有关爱生态、保护环境资源，才能实现经济可持续发展和人民的生活需要。

节约用水、合理开发水资源、治理水污染都离不开水处理技术。水处理技术是指通过物理（机械）、化学（药剂）和生物等方法，对水质进行处理，使之能满足人民生活、工业生产和环境需要的技术。近年来，随着世界水资源的渐趋贫乏和工业用水量的增大，我国的水处理技术正在蓬勃发展。自 20 世纪 70 年代初，大批专家学者、技术人员进入水处理领域，开拓进取，不断填补了国内一个又一个空白。进入 21 世纪，随着经济的高速发展和人民生活水平的不断提高，对水资源的保护和利用更显得迫切。为此，从事水处理工作的企业迅速崛起，水处理技术得到前所未有的广泛应用和推广，新的领域不断开拓，水处理剂产品和水处理技术不断创新和诞生。

工业用水通常包括工艺用水、洗涤用水、锅炉用水、空调用水及冷却用水等，其中冷却用水量平均约占工业用水总量的 67%，因此冷却水的处理尤为重要。目前，循环冷却水的处理仍以化学处理为主，即为了确保水冷器的正常运行及节约用水，减少对环境的污染，需要在循环冷却水中添加适量的化学处理药品，来控制冷却水给水设备及输水管道造成的腐蚀、结垢、菌藻、黏泥等危害。在循环冷却水处理过程中，不论是在筛选配方方面，还是在循环冷却水系统运行方面，都要对补充水及循环冷却水的水质和水处理剂产品的质量进行分析和监测检验。近几年来，随着水处理技术的发展，水质情况日趋复杂、水处理产品的品种不断增加，原有的一些分析手册已不能满足用户的要求，故在广大水处理剂生产厂家及化工、油田、电力等行业的使用单位的要求下，全国化学标准化技术委员会水处理剂分会组织编写了这本《循环冷却水水质及水处理剂标准应用指南》。

本书根据工业循环冷却水处理的特点，提出了水质及水处理剂最新分析方法、实际操作中的注意事项、部分 AWWA 译文及石化行业的一些水处理剂评定方法。它能为从事水处理剂和水处理设备的生产、销售以及水处理技术服务的人群提供帮助。

参加本书的编写人员大都是多年从事水处理剂标准化工作的技术人员，具有较丰富的理论知识和实践经验。在编写过程中，我们严格遵循了准确、规范、全面和实用的原则。为尽快满足广大读者的要求和期望，我们短时间内编出了这本书。由于缺乏经验，疏漏之处在所难免，请各方面专家不吝赐教，以便修订。

编者

2003 年 6 月于天津

内 容 提 要

本书是关于国内外循环冷却水水质和水处理剂分析方法的实用性工具书。

全书共分 12 章，根据工业循环冷却水处理的特点，主要内容包括了水质及水处理剂最新分析方法，实际操作中的注意事项，部分 AWWA（美国水处理协会）标准以及石化行业的一些水处理剂评定方法。附录部分介绍了几项分析工作中需要的基础知识、3 份国外水处理剂分析标准，以及一些水处理剂生产企业名录。“准确、规范、全面和实用”是本书的主要特点，以满足各界读者的需求。

本书不仅能为从事水处理剂和水处理设备的研究、开发、设计、生产、应用、销售以及水处理技术服务的人员提供帮助，同时也可作为科研院校的培训教材使用。

目 录

第一章 水质及水处理剂分析中常用术语	1
第二章 工业循环冷却水水质常规分析	5
第一节 工业循环冷却水水质分析方法规则.....	5
第二节 工业循环冷却水中 pH 值的测定——电位法.....	6
第三节 工业循环冷却水中溶解性固体的测定——重量法.....	8
第四节 工业循环冷却水中钙、镁离子的测定——EDTA 滴定法.....	8
第五节 工业循环冷却水中钙含量的测定——原子吸收光谱法.....	10
第六节 工业循环冷却水中镁含量的测定——原子吸收光谱法.....	12
第七节 工业循环冷却水中碱度的测定.....	15
第八节 工业循环冷却水中磷含量的测定——钼酸铵分光光度法.....	16
第九节 工业循环冷却水中硫酸盐的测定——重量法.....	22
第十节 工业循环冷却水中氯离子的测定——硝酸银滴定法.....	23
第十一节 工业循环冷却水中铁含量的测定——邻菲罗啉分光光度法.....	25
第十二节 工业循环冷却水中二氧化硅含量的测定——分光光度法.....	29
第十三节 工业循环冷却水中浊度的测定——散射光法.....	30
第十四节 工业循环冷却水中游离氯和总氯的测定.....	31
第三章 工业循环冷却水中其他化学组分的分析	37
第一节 工业循环冷却水中铝离子的测定——邻苯二酚紫分光光度法.....	37
第二节 工业循环冷却水中硝酸根离子的测定——2,6-二甲基 苯酚分光光度法.....	40
第三节 工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定——分光光度法.....	43
第四节 工业循环冷却水中巯基苯骈噻唑的测定.....	47
第五节 工业循环冷却水中苯骈三氮唑的测定.....	48
第六节 工业循环冷却水中铜的测定.....	49
第七节 工业循环冷却水中锌含量的测定——原子吸收光谱法.....	54
第八节 工业循环冷却水中钾含量的测定——原子吸收光谱法.....	56
第九节 工业循环冷却水中钠含量的测定——原子吸收光谱法.....	58
第十节 工业循环冷却水中铵根离子的测定.....	60
第十一节 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.....	64
第十二节 工业循环冷却水中溶解氧的测定——碘量法.....	67
第十三节 工业循环冷却水中需氧量 (COD) 的测定——高锰酸钾法.....	69
第十四节 工业循环冷却水及锅炉水中氟、氯、磷酸根、亚硝酸根、硝酸根 和硫酸根的测定——离子色谱法.....	70
第十五节 工业循环冷却水中钠、铵、钾、镁和钙离子的测定——离子色谱法.....	74

第四章 工业循环冷却水中污垢和腐蚀产物的分析	78
第一节 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物分析方法规则	78
第二节 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物试样的调查、采取和制备	79
第三节 工业循环冷却水系统中污垢和腐蚀产物中水分含量的测定	81
第四节 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫化亚铁含量的测定	82
第五节 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中灼烧失重的测定	84
第六节 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、铜含量的测定	85
第七节 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫酸盐含量的测定	97
第八节 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中二氧化碳含量的测定	98
第九节 工业循环冷却水水垢中铜的测定——原子吸收光谱法	100
第十节 工业循环冷却水水垢中锌的测定——原子吸收光谱法	103
第五章 工业循环冷却水用磷锌预膜液的分析	106
第一节 工业循环冷却水用磷锌预膜液中锌含量的测定——原子吸收光谱法	106
第二节 工业循环冷却水用磷锌预膜液中钙含量的测定——原子吸收光谱法	107
第六章 工业循环冷却水中微生物的分析	111
第一节 工业循环冷却水中黏液形成菌的测定——平皿计数法	111
第二节 工业循环冷却水中土壤菌群的测定——平皿计数法	114
第三节 工业循环冷却水中黏泥真菌的测定——平皿计数法	119
第四节 工业循环冷却水中土壤真菌的测定——平皿计数法	122
第五节 工业循环冷却水中硫酸盐还原菌的测定——MPN法	125
第六节 工业循环冷却水中铁细菌的测定——MPN法	130
第七章 水处理药剂性能评定方法	136
第一节 水处理剂阻垢性能的测定	136
第二节 冷却水动态模拟试验方法	146
第三节 水的混凝、絮凝杯罐试验方法	154
第四节 水处理剂缓蚀性能的测定	156
第八章 水处理剂产品分类和命名	164
第九章 阻垢分散剂	169
第一节 羟基亚乙基二膦酸	169
第二节 羟基亚乙基二膦酸二钠	175
第三节 氨基三亚甲基膦酸	180
第四节 氨基三亚甲基膦酸	186
第五节 乙二胺四亚甲基膦酸钠	191
第六节 水解聚马来酸酐	199
第七节 聚丙烯酸	203
第八节 聚丙烯酸钠	208
第九节 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷	211
第十节 丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物	218
第十一节 丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物	223

第十二节 马来酸酐-丙烯酸共聚物	227
第十章 缓蚀阻垢剂	232
第一节 多元醇磷酸酯	232
第二节 聚偏磷酸钠	237
第三节 阻垢缓蚀剂 II	244
第四节 阻垢缓蚀剂 III	247
第十一章 杀生剂	253
第一节 稳定性二氧化氯溶液	253
第二节 三氯异氰尿酸	258
第三节 十二烷基二甲基苄基氯化铵	260
第四节 异噻唑啉酮衍生物	265
第十二章 絮凝剂	270
第一节 聚合硫酸铁	270
第二节 聚氯化铝	279
第三节 硫酸铝	293
第四节 硫酸亚铁	297
第五节 氯化铁	303
第六节 聚丙烯酰胺	311
第七节 结晶氯化铝	317
附录一 容量仪器的校正	328
附录二 水质及水处理剂常用标准溶液的配制与标定	331
附录三 数值修约规则	340
附录四 极限数值的表示方法和判定方法	343
附录五 水质分析报告表式	347
附录六 垢样分析报告表式	348
附录七 水处理剂质量检验报告表式	349
附录八 AWWA 标准：聚二甲基二烯丙基氯化铵	350
附录九 日本工业规格：给水用聚氯化铝	356
附录十 AWWA 标准：EPI-DMA 聚胺	385
附录十一 水处理剂生产企业名录	391
参考文献	399

第一章 水质及水处理剂分析中常用术语

一、一般术语

- (1) 采样(sampling): 从总体中取出有代表性试样的操作。
- (2) 试样(sample): 用于进行分析以便提供代表该总体特性量值的少量物质。
- (3) 四分法(quartering): 从总体中取得试样后, 采用圆锥四等分任意取对角二份试样, 弃去剩余部分, 以缩减试样量的操作。
- (4) 测定(determination): 取得物质的特性量值的操作。
- (5) 平行测定(parallel determination): 取几份同一试样, 在相同的操作条件下对它们进行的测定。
- (6) 空白试验(blank test): 不加试样, 但用与有试样时同样的操作进行的试验。
- (7) 检测(detection): 确认试样特定性质并判断某种物质存在与否的操作。
- (8) 校准(calibration): 用标准器具或标准物质等确定测量仪器显示值与真值的关系的操作。
- (9) 校准曲线(calibration curve): 物质的特定性质、体积、浓度等和测定值或显示值之间关系的曲线。
- (10) 倾析(decantation): 容器中上层澄清液和沉淀共存时, 使容器倾斜流出澄清液以分离沉淀的操作。
- (11) 掩蔽(masking): 使干扰物质转变成稳定的络合物、沉淀或发生价态变化等, 使之不干扰测定的作用。
- (12) 解蔽(demasking): 一种被掩蔽的物质, 由其被掩蔽的形式恢复到初始状态的作用。
- (13) 灼烧(ignition): 在重量分析中, 沉淀在高温下加热, 使沉淀转化为组成固定的称量形式的过程。
- (14) 标定(standardization): 确定标准溶液的准确浓度的操作。
- (15) 滴定(titration): 将滴定剂通过滴定管滴加到试样溶液中, 与待测组分进行化学反应, 达到化学计量点时, 根据所需滴定剂的体积和浓度计算待测组分的含量的操作。
- (16) 恒重(constant weight): 在同样条件下, 对物质重复进行干燥、加热和灼烧, 直到两次质量差不超过规定值的范围的操作。
- (17) 滴定终点(end point): 用指示剂或终点指示器判断滴定过程中化学反应終了时的点。
- (18) 滴定度(titer): 1 mL 标准溶液相当于待测组分的质量。
- (19) 含量(content): 某物质中所含某种组分的质量或体积比。
- (20) 摩尔(mol): 国际单位制的基本单位。它是一系统的物质的量, 该系统中所包含的基本单元数与 0.012 kg 碳-12 的原子数目相等。使用摩尔时, 必须指明基本单元。
- (21) 基本单元(elementary entity): 它可以是组成物质的任何自然存在的原子、分子、离子、电子、光子等一切物质的粒子, 也可以是按需要人为的将它们进行分割或组合, 而实

际上并不存在的个体或单元，如： $1/2\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $1/5\text{KMnO}_4$ 。

(22) 摩尔质量 (M)(molar mass)：一系统中某给定基本单元的摩尔质量 M 等于其总质量 m 与其物质的量之比。单位为千克每摩尔 (kg/mol)，常用克每摩尔 (g/mol)。

$$M = \frac{m}{n}$$

(23) 摩尔体积 (V_m)(molar volume)：系统的体积 V 与其中离子的物质的量之比。单位为立方米每摩尔 (m^3/mol)，常用升每摩尔 (L/mol)。

$$V_m = \frac{V}{n}$$

(24) 物质的量浓度 (c)(amount of substance concentration)：可简称为浓度 (concentration)。物质 B 的量 n_B 与相应混合物的体积 V 之比。单位为摩尔每立方米 (mol/m^3)，常用摩尔每升 (mol/L)。物质 B 作为溶质时，物质 B 的浓度为溶质的物质的量 n_B 与溶液的体积 V 之比。其浓度也可用符号 (B) 表示。

$$c_B = \frac{n_B}{V}$$

(25) 灰分(ash)：试样在规定条件下，经灼烧后，剩余物质的质量。

(26) 碱度(alkalinity)：在规定条件下，与中和 100 g 试样中的碱性物质所消耗的酸性物质相当的氢氧根离子的量 (以毫摩尔计)。

(27) pH 值(pH value)：溶液中氢离子活度的负对数值。

(28) 溴值(bromine value)：在规定条件下，100 g 试样消耗以克计的溴的质量。用以表示物质不饱和度的一种量度。

(29) 残渣(residue)：试样在一定温度下蒸发、灼烧或经规定的溶剂提取后所得的残留物。

(30) 循环冷却水系统(recirculating cooling water system)：以水作为冷却介质，由换热设备、冷却设备、水泵、管道及其他有关设备组成，并循环使用的一种给水系统。

(31) 敞开式系统(open system)：指循环冷却水与大气直接接触冷却的循环冷却水系统。

(32) 密封式系统(closed system)：指循环冷却水不与大气直接接触冷却的循环冷却水系统。

(33) 药剂(chemicals)：循环冷却水处理过程中所使用的各种化学物质。

(34) 异养菌数(count of heterotrophic bacteria)：按细菌平皿计数法求出每毫升水中的异养菌个数。

(35) 黏泥(slimes)：指微生物及其分泌的黏液与其他有机和无机的杂质混合在一起的黏浊物质。

(36) 黏泥量(slimes content)：用标准的浮游生物网，在一定时间内过滤一定量的水，将截留下来的悬浊物放入量筒内静置一定时间，测其沉淀后黏泥量的容积，以 mL/m^3 表示。

(37) 污垢热阻值(fouling resistance)：表示换热设备传热面上因沉积物而导致传热效率下降程度的数值，单位为 $\text{m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ 。

(38) 腐蚀率(corrosion rate)：以金属腐蚀失重而算得的平均腐蚀率，单位为 mm/a 。

(39) 系统容积(system capacity volume)：循环冷却水系统内所有水容积的总和。

(40) 浓缩倍数(cycle of concentration)：循环冷却水的含盐浓度与补充水的含盐浓度之

比值。

(41) 监测试片(monitoring test coupon): 放置在监测换热设备或测试管道上监测腐蚀用的标准金属试片。

(42) 预膜(prefilming): 在循环冷却水中投加预膜剂, 使清洗后的换热设备金属表面形成均匀密致的保护膜的过程。

(43) 间接换热(indirect heat exchange): 换热介质之间不直接接触的一种换热形式。

(44) 旁流水(side stream): 从循环冷却水系统中分流出部分水量, 按要求进行处理后, 再返回系统。

(45) 药剂允许停留时间(permitted retention time of chemicals): 药剂在循环冷却水系统中的有效时间。

(46) 补充水量(amount of makeup water): 循环冷却水系统在运行过程中补充所损失的水量。

(47) 排污水量(amount of blowdown): 在确定的浓缩倍数条件下, 需要从循环冷却水系统中排放的水量。

(48) 热流密度(heat load intensity): 换热设备的单位传热面每小时传出的热量。以 W/m^2 表示。

二、方法

(1) 原子吸收分光光度法(AAS)(atomic absorption spectrophotometry): 测量蒸汽中原子对特征电磁辐射的吸收, 测定化学元素的方法。

(2) 分光光度法(spectrophotometry): 根据物质对不同波长的单色光的吸收程度不同而对物质进行定性和定量分析的方法。

(3) 离子色谱法(ion chromatography): 为了降低或消除离子交换柱流出液的背景信号对检测的干扰并使分离检测连成一气, 采用低交换容量离子交换剂、离子抑制技术和灵敏检测方法组成离子色谱法。

(4) 定性分析(qualitative analysis): 为检测物质中原子、原子团、分子等成分的种类而进行的分析。

(5) 定量分析(quantitative analysis): 为测定物质中化学成分的含量而进行的分析。

(6) 重量分析法(grarimetric analysis): 通过称量操作, 测定试样中待测组分的质量, 以确定其含量的一种分析方法。

(7) 滴定分析法^①(titrimetric analysis): 通过滴定操作, 根据所需滴定剂的体积和浓度, 以确定试样中待测组分含量的一种分析方法。

(8) 酸碱滴定法(acid-base titration): 利用酸、碱之间质子传递反应进行的滴定。

(9) 氧化还原滴定法(redox titration): 利用氧化还原反应进行的滴定。

(10) 高锰酸钾滴定法(permanganate titration): 利用高锰酸盐标准滴定溶液进行的滴定。

(11) 重铬酸钾滴定法(dichromate titration): 利用重铬酸盐标准滴定溶液的氧化作用进行的滴定。

(12) 碘量法(iodimetry): 利用碘的氧化作用或碘离子的还原作用进行的滴定。一般使用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

① 此术语曾命名为容量分析法(volumetric analysis)。

(13) 返滴定法(back titration): 在试样溶液中加入过量的标准溶液与组分反应, 再用另一种标准溶液滴定过量部分, 从而求出组分含量的滴定。

(14) 络合滴定法(compleximetry): 利用络合物的形成及解离反应进行的滴定。

三、溶液

(1) 标准溶液(standard solution): 用标准物质标定或配制的已知浓度的溶液。

(2) 试液(test solution): 用试样配成的溶液或为分析而取得的溶液。

(3) 储备溶液(stock solution): 配制成的比使用时浓度大的、并为储存用的试剂溶液。

(4) 缓冲溶液(buffer solution): 加入溶液中能控制 pH 值或氧化还原电位等仅发生可允许的变化了的溶液。

(5) 指示剂(indicator): 在滴定分析中, 为判断试样的化学反应程度时本身能改变颜色或其他性质的试剂。

第二章 工业循环冷却水水质常规分析

第一节 工业循环冷却水水质分析方法规则

一、概述

水是生命的源泉，工业的命脉。随着世界水资源的渐趋贫乏和工业用水量的增大，我国的水处理技术正在蓬勃发展。目前，本行业循环冷却水的处理仍以化学处理为主，即为了确保水冷器的正常运行及节约用水，减少排污对环境的污染，需要在循环冷却水中添加适量的化学处理药品，来控制冷却水给水冷设备及输水管线造成的腐蚀、结垢、菌藻、黏泥等危害。在循环冷却水处理过程中，不论是在筛选配方方面，还是在循环冷却水系统运行方面，都要对补充水及循环冷却水进行水质分析和监测。因此，水质分析是水处理技术取得良好效果的重要保证，而水质分析方法规则则是这一保证的重要基础。

二、要求

(1) 术语：方法中所采用的术语应符合 GB/T 14666 的规定。

(2) 计量单位及符号：方法中采用的计量单位及符号应符合 GB 3100 和 GB 3101 的规定。

(3) 方法的原理和化学反应：应简要叙述方法的基本原理，必要时尽可能写出化学反应式。

三、方法中一些用语的含义

(1) 温度：方法中所指的温度均系用摄氏温度表示，在阿拉伯数字后面附上℃。室温系指 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ ；常温系指 $15 \sim 25^\circ\text{C}$ 。

(2) “在水浴上加热”：除另有规定外，系指在沸腾的水浴上加热。

(3) “灼烧（或烘干）至恒重”：如无特殊说明，均系指灼烧（或烘干），并于干燥器中冷却至室温后称量，重复进行至连续两次称量之差不大于 0.0002 g 时，即为恒重，取最后一次质量作为计算依据。

(4) “准确称量”、“准确称取”和称量、量取数量的“约”：“准确称量”指称量精确至 0.0002 g ，“准确量取”指量取体积精确至 0.02 mL ；当方法中仅写着数值时，指称取或量取到此数值的最后一位数，如称取 0.4124 g 氯化钠；当方法中所表示的数量前标有“约”时，指近似值或用简易的计量器具所量取的量。

四、试剂和材料

(1) 方法中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

(2) 方法中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

(3) 滴定分析（容量分析）用标准溶液在常温（ $15 \sim 25^\circ\text{C}$ ）下保存时，一般不得超过两个月。

(4) 标准滴定溶液的浓度以“mol/L”表示，并注明基本单元。

(5) 溶液未标明用何种溶剂配制时均指水溶液。用液体溶质配制的试剂，其浓度用溶质体积+溶剂体积表示。例如，盐酸溶液 1+3，系指 1 体积盐酸与 3 体积水混合而成。

(6) 用固体溶质配制的试剂，其质量浓度用“g/L”表示。

(7) 方法中所用酸或氨水，凡未注明浓度者均为浓酸或浓氨水。

五、样品过滤

除专门指定者外，一般过滤根据需要选择使用快速、中速或慢速定性滤纸。

六、仪器校正

分析中所用玻璃量具、天平、酸度计、分光光度计、电导仪等均需定期校正。

七、分析方法的选择

同一个测定项目如果有几种分析方法时，可根据不同条件择优选择。

八、方法中的“空白”

系指在样品分析中同时进行的不含待测物质的空白试验，且与样品分析中采用的方法及试剂量完全一致。

九、试验结果

(1) 结果的表示：应写明表示结果的方法；计算公式及简化公式；式中符号、数字和因数的含义和单位以及有效位数。

(2) 精密度：精密度应按 GB 6379 中的有关规定来确定，以重复性和再现性表示。重复性系指同一操作者，在同一实验室，用同一分析方法，对同一试样在正常和正确的分析操作下进行多次分析所得结果的一致性。再现性系指不同操作者，在不同的实验室，用同一分析方法，对同一试样在正常和正确的分析操作下进行多次分析所得结果的一致性。方法的重复性和再现性数值是测定值的允许波动量，可以表示为允许的最大值和最小值之差，它们视特定的方法和被测对象的特定条件而定，一般以绝对值表示。

(3) 准确度：方法的准确度为各个试验结果与公认的标准值的相互接近的程度。它可以表示为允许的最大值与标准值之差及允许的最小值与标准值之差。

第二节 工业循环冷却水中 pH 值的测定——电位法

一、概述

水的 pH 值是表示水中氢离子浓度的负对数值，即 $\text{pH} = -\lg [\text{H}^+]$ 。由水中氢离子的浓度，可以知道水溶液是呈碱性、中性或酸性。由于氢离子浓度很小，因此在实际应用中用 pH 值来作为水溶液酸、碱性的判断指标。

(1) 中性水溶液 $\text{pH} = 7$ 。

(2) 酸性水溶液 $\text{pH} < 7$ ，pH 值越小，表示酸性越强。

(3) 碱性水溶液 $\text{pH} > 7$ ，pH 值越大，表示碱性越强。

二、方法提要

将规定的指示电极和参比电极浸入同一被测溶液中，成一原电池，其电动势与溶液的 pH 值有关。通过测量原电池的电动势即可得出溶液的 pH 值。

三、试剂和材料

(1) 草酸盐标准缓冲溶液 $\{c[\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] = 0.05 \text{ mol/L}\}$ ：称取 12.61 g 四草酸钾溶于无二氧化碳的水中，稀释至 1000 mL。

(2) 酒石酸盐标准缓冲溶液（饱和溶液）：在 25℃ 下，用无二氧化碳的水溶解过量的

(约 75 g/L) 酒石酸氢钾并剧烈振摇以制备其饱和溶液。

(3) 苯二甲酸盐标准缓冲溶液： $[c(C_6H_4CO_2HCO_2K)=0.05 \text{ mol/L}]$ ：称取 10.24 g 预先于 $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 干燥 1 h 的苯二甲酸氢钾，溶于无二氧化碳的水中，稀释至 1000 mL。

(4) 磷酸盐标准缓冲溶液 $[c(KH_2PO_4)=0.025 \text{ mol/L}; c(Na_2HPO_4)=0.025 \text{ mol/L}]$ ：称取 3.39 g 磷酸二氢钾和 3.53 g 磷酸氢二钠溶于无二氧化碳的水中，稀释至 1000 mL。磷酸二氢钾和磷酸氢二钠需预先在 $(120 \pm 10)^\circ\text{C}$ 干燥 2 h。

(5) 硼酸盐标准缓冲溶液 $[c(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O)=0.01 \text{ mol/L}]$ ：称取 3.80 g 十水合四硼酸钠，溶于无二氧化碳的水中，稀释至 1000 mL。

(6) 氢氧化钙标准缓冲溶液（饱和溶液）：在 25°C 时，用无二氧化碳的水制备氢氧化钙的饱和溶液。存放时应防止空气中二氧化碳进入，一旦出现浑浊，应弃去重配。

不同温度时各标准缓冲溶液的 pH 值列于表 2-1。

表 2-1 不同温度时各标准缓冲溶液的 pH 值

温度/ $^\circ\text{C}$	草酸盐标准 缓冲溶液	苯二甲酸盐标准 缓冲溶液	酒石酸盐标准 缓冲溶液	磷酸盐标准 缓冲溶液	硼酸盐标准 缓冲溶液	氢氧化钙标准 缓冲溶液
0	1.67	4.00	—	6.98	9.46	13.42
5	1.67	4.00	—	6.95	9.39	13.21
10	1.67	4.00	—	6.92	9.33	13.00
15	1.67	4.00	—	6.90	9.28	12.81
20	1.68	4.00	—	6.88	9.23	12.63
25	1.68	4.01	3.56	6.86	9.18	12.45
30	1.69	4.01	3.55	6.85	9.14	12.29
35	1.69	4.02	3.55	6.84	9.11	12.13
40	1.69	4.04	3.55	6.84	9.07	11.98

四、仪器和设备

(1) 酸度计：分度值为 0.02 pH 值单位。

(2) 玻璃指示电极：使用前需在水中浸泡 24 h 以上，使用后应立即清洗并浸于水中保存。若玻璃电极表面污染，可先用肥皂或洗涤剂洗。然后用水淋洗几次，再浸入盐酸（1+9）溶液中，以除去污物。最后用水洗净，浸入水中备用。

(3) 饱和甘汞参比电极：使用时电极上端小孔的橡皮塞必须拔出，以防止产生扩散电位影响测定结果。电极内氯化钾溶液中不能有气泡，以防止断路。溶液中应保持有少许氯化钾晶体，以保证氯化钾溶液的饱和。注意电极液络部不被沾污或堵塞，并保持液络部适当的渗出流速。

(4) 复合电极：可代替玻璃指示电极和饱和甘汞参比电极使用。使用前需在水中浸泡 24 h 以上，使用后应立即清洗并浸于水中保存。

五、分析步骤

(1) 调试：按酸度计说明书调试仪器。

(2) 定位：按试剂和材料所述，分别制备两种标准缓冲溶液，使其中一种的 pH 值大于并接近试样的 pH 值，另一种小于并接近试样的 pH 值。调节 pH 计温度补偿旋钮至所测试样温度值。按照表 2-1 所标明的数据，依次校正标准缓冲溶液在该温度下的 pH 值。重复校正直到其读数与标准缓冲溶液的 pH_s 值相差不超过 0.02 pH 值单位。

(3) 测定：用分度值为 1°C 的温度计测量试样的温度。把试样放入一个洁净的烧杯中，

并将酸度计的温度补偿旋钮调至所测试样的温度。浸入电极，摇匀，测定。

六、分析结果的表述

报告被测试样温度时应精确到 1 °C。报告被测试样的 pH 值时应精确到 0.1 pH 值单位。

七、允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 pH 值单位。

第三节 工业循环冷却水中溶解性固体的测定——重量法

一、概述

溶解性固体是指水经过滤后，那些仍然溶于水中的各种无机盐类、有机物等，水中溶解性固体高时，将使水的导电性增大，容易发生电化学反应，增大腐蚀电流使腐蚀增加。本方法适用于溶解性固体不低于 25 mg/L 的水样。

二、方法提要

移取过滤后的一定量的水样，在指定温度下干燥至恒重。

三、仪器和设备

- (1) 一般实验室仪器。
- (2) 慢速定量滤纸或滤板孔径为 2~5 μm 的玻璃砂芯漏斗。
- (3) 蒸发皿：d 100 mm。

四、分析步骤

将待测水样用慢速定量滤纸或滤板孔径为 2~5 μm 的玻璃砂芯漏斗过滤。用移液管移取 100 mL 过滤后的水样，置于已于 (103±2) °C 干燥至恒重的蒸发皿中。将蒸发皿置于沸水浴上蒸发至干，再将蒸发皿于 (103±2) °C 下干燥至恒重。

五、分析结果的表述

以“mg/L”表示的水样中溶解性固体的质量浓度 X 按式 (2-1) 计算：

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^6}{100} \quad (2-1)$$

式中 m_1 ——蒸发皿质量，g；

m_2 ——蒸发皿与残留物的质量，g。

六、允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果（平行测定结果的绝对差值不大于 5 mg/L）。

第四节 工业循环冷却水中钙、镁离子的测定——EDTA 滴定法

一、概述

水的总硬度包括碳酸盐硬度（暂时硬度）和非碳酸盐硬度（永久硬度）。暂时硬度是指与碳酸盐相结合的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 离子的总量，而永久硬度是指与硫酸盐、氯化物相结合的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 离子总量。因此 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 是循环冷却水分析中经常要分析的项目，它是判定水的结垢、腐蚀倾向的一个重要指标。

二、方法提要

钙离子测定是在 pH 值为 12~13 时，以钙-羧酸为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液测定水样中的钙离子含量。滴定时 EDTA 与溶液中游离的钙离子仅应形成络合物，溶液颜色变