ICS 13.060.50
CCS D51

T/QAS

青 海 省 标 准 化 协 会 团 体 标 准

T/QAS XXX—2021

卤水 溶解氧的测定 碘量法

2021-XX- XX 发布 2021-XX -XX 实施

青海省标准化协会 发 布

前　　言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由青海省柴达木综合地质矿产勘查院提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：青海省柴达木综合地质矿产勘查院、青海省地质矿产测试应用中心、青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本文件主要起草人：马成冰、王培艳、袁红战、肖玉萍、郭敏、李海明、张婵、刘磊、杜作朋、石华、朱琳、赵枝刚、程金莲。

卤水 溶解氧的测定 碘量法

1 范围

本文件规定了卤水中溶解氧的测定方法。

本文件适用于卤水中溶解氧的测定。方法检出限：0.16mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在碱性溶液中低价氢氧化锰（$Mn(OH)_2$）能定量的被水中溶解氧氧化成高价化合物锰酸亚锰（$MnMnO_3$）的反应来进行。当溶液酸化时，则 $MnMnO_3$ 与加入溶液中的 KI 作用而定量地析出碘（I_2），此时溶液呈棕黄色，溶解氧愈多则颜色愈深，然后用硫代硫酸钠（$Na_2S_2O_3$）标准溶液滴定析出的碘，以计算出溶解氧的含量。反应式如下：

$$MnSO_4+2NaOH=Mn(OH)_2\downarrow+Na_2SO_4$$

$$2Mn(OH)_2+O_2=2H_2MnO_3\downarrow$$

$$H_2MnO_3+Mn(OH)_2=MnMnO_3\downarrow+2H_2O$$

$$MnMnO_3+6HCl+2KI=2MnCl_2+2KCl+I_2+3H_2O$$

$$2Na_2S_2O_3+I_2=Na_2S_4O_6+2NaI$$

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 硫酸锰溶液（0.325g/mL）：称取 480g 硫酸锰（$MnSO_4 \cdot 4H_2O$）溶于水中，定容至 1000mL 容量瓶。

5.2 碱性碘化钾溶液(0.15g/mL)：称取 500g 氢氧化钠溶解于 500mL 水中，另称取 150g 碘化钾溶于 200mL 水中，待氢氧化钠溶液冷却后，将两溶液合并，混匀，定容至 1000mL 具有橡皮塞得棕色瓶。

5.3 盐酸溶液（2：1）。

5.4　淀粉溶液(0.01g/mL)：称取 1g 可溶性淀粉于烧杯中，先以少量水调至糊状，用刚煮沸的水冲稀至 100mL，再煮沸至溶液清澈为止。

5.5　重铬酸钾标准溶液（$C_{1/6K_2Cr_2O_7}$=0.0250mol/L）：称取 105℃烘干 2 小时并冷却的重铬酸钾 1.2258g 溶解于水中，定容至 1000mL 容量瓶。

5.6　硫代硫酸钠溶液（0.02mol/L）：称取 5g $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 溶于煮沸并冷却的水中，加入 0.05g Na_2CO_3 以防止分解，用水稀释至 1000mL。

5.7　碘化钾。

6　仪器和设备

6.1　分析天平：感量 0.1 mg。

6.2　溶解氧瓶。

6.3　碘量瓶。

7　试样

卤水样品需在现场固定，用吸管插入溶解氧瓶的液面下，加入1mL硫酸锰溶液（5.1）、2mL碱性碘化钾溶液（5.2），盖好瓶塞，颠倒混合数次，待棕色沉淀物降至瓶内一半时，再次振摇使之充分混匀。

8　分析步骤

8.1　样品前处理

向具有固定溶解氧的水样瓶中，用移液管加入5mL盐酸溶液（5.3）（插入水样瓶中1/2处放出），然后塞紧瓶塞，颠倒数次，将沉淀完全溶解。放置暗处5min。移取100mL上述溶液于250mL锥形瓶中，用硫代硫酸钠溶液（5.6）滴定至浅黄色，加入1mL淀粉溶液（5.4），再用硫代硫酸钠溶液（5.6）滴定至蓝色消失为止，记录用量。

8.2　标定

于 250mL 碘量瓶中，加入 100mL 水和 1g 碘化钾(5.7)，准确加入 10.00mL 重铬酸钾标准溶液(5.5)、5mL 盐酸溶液（5.3），密塞，摇匀。放置暗处 5min 后，用硫代硫酸钠溶液（5.6）滴定至浅黄色，加入 1mL 淀粉溶液（5.4），再用硫代硫酸钠溶液（5.6）滴定至蓝色消失为止，记录用量。

$Na_2S_2O_3$ 溶液的浓度按式（1）计算：

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：C—$Na_2S_2O_3$ 溶液的浓度，mol/L；

C_1—重铬酸钾标准溶液的浓度，mol/L；

V_1—重铬酸钾标准溶液的加入体积，mL；

V—滴定时消耗 $Na_2S_2O_3$ 溶液的体积，mL。

9　计算

试样中溶解氧的浓度按式（2）计算，数值修约按 GB/T 8170 表示：

$$\rho = \frac{C \times V \times M \times 1000}{V_0} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：ρ —卤水中溶解氧的质量浓度，mg/L；

C—$Na_2S_2O_3$溶液的浓度，mol/L；

V—滴定时消耗$Na_2S_2O_3$溶液的体积，mL；

V_0—卤水样品的取样体积，mL；

M—消耗$Na_2S_2O_3$溶液对应氧的等当量质量浓度为8，g/mol。

10 精密度

每一批试样随机抽取10 %的试样作为检查分析样。一批少于10个试样的最少抽取一件。重复分析相对偏差允许限依据式（3）计算：

$$Y = 11.0CX^{-0.28} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

C－重复分析相对偏差允许限系数，参照 DZ/T 0130取C=1.5；

X－各组分分析结果的平均浓度值，mg/L。

重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断，小于等于重复分析相对偏差允许限时，为合格；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

11 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。