

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3519—20XX
代替 HG/T 3519—2012

工业循环冷却水中苯并三氮唑的测定

Industrial circulating cooling water—Determination of benzotriazole

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—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。

本文件代替HG/T 3519-2012《工业循环冷却水中苯骈三氮唑测定》，与HG/T 3519-2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 修改了适用范围（见第1章，2012年版的第1章）；
- 修改了紫外分光光度法（见第4章，2012年版的第3章、第4章、第5章、第6章、第7章）；
- 增加了高效液相色谱法（见第5章）。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会（SAC/TC63/SC5）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件于1982年首次发布，1985年第一次修订，1999年由HG/T 5-1519-1985转化为HG/T 3519-1985，2003年第二次修订；2012年第三次修订；本次为第四次修订。

工业循环冷却水中苯并三氮唑的测定

1 范围

本文件描述了工业循环冷却水及复配药剂中苯并三氮唑的测定方法。

本文件中紫外分光光度法适用于循环冷却水系统中苯并三氮唑及甲基苯并三氮唑的测定，也适用于复配药剂中苯并三氮唑及甲基苯并三氮唑的测定，测定范围为0.4 mg/L~20mg/L。高效液相色谱法适用于复配药剂中苯并三氮唑及甲基苯并三氮唑的测定，测定范围为2mg/L~20mg/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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 紫外分光光度法

警告：本方法所使用的强碱具有腐蚀性，使用时避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗，严重时应立即就医。

4.1 方法提要

在碱性条件下，于最大吸收波长274nm处用紫外分光光度计测定苯并三氮唑的含量。

4.2 试剂或材料

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

4.2.1 氢氧化钾溶液：56g/L。

4.2.2 苯并三氮唑标准溶液：准确称取 0.1000g 苯并三氮唑，加水使之溶解，必要时可在电炉上加热。待溶解后，全部转移到 1 升容量瓶中，并用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含有 0.1mg 苯并三氮唑。

4.3 仪器设备

紫外分光光度计：274nm，附1cm石英吸收池。

4.4 试验步骤

4.4.1 校准溶液的制备

分别移取0.00mL（试剂空白）、0.50mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 苯并三氮唑标准溶液，于八个100mL容量瓶中，加入2mL氢氧化钾溶液，用水稀释至刻度，摇匀。该系列校准溶液的苯并三氮唑含量分别为0.0mg/L、0.5mg/L、1mg/L、2mg/L、3mg/L、4mg/L、6mg/L、8mg/L、10mg/L。

4.4.2 校准曲线的绘制

使用分光光度计，用1cm吸收池，在274nm波长处，以试剂空白作参比测定吸光度。以校准溶液中苯并三氮唑的含量（mg/L）为横坐标，相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线，并计算出回归方程。

4.4.3 测定

4.4.3.1 水样中苯并三氮唑的测定

移取适量经0.45 μm滤膜过滤后的水样，置于100mL容量瓶中，加入2mL氢氧化钾溶液，用水稀释至刻度，摇匀。用1cm吸收池，狭缝0.1mm，在274nm波长处，以试剂空白作参比测定吸光度。

4.4.3.2 复配药剂中苯并三氮唑的测定

称取复配药剂约0.25g用水溶解后，移至50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此为试样溶液。移取5mL试样溶液，置于100mL容量瓶中，加入2mL氢氧化钾溶液，用水稀释至刻度，摇匀。用1cm吸收池，狭缝0.1mm，在274nm波长处，以试剂空白作参比测定吸光度。

4.5 结果计算

4.5.1 水样中苯并三氮唑含量以质量浓度 ρ 计，数值以毫克每升（mg/L）表示，按式（1）计算：

$$\rho = f\rho_1 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

f ——稀释倍数；

ρ_1 ——从校准曲线上查得或按回归方程计算出的苯并三氮唑含量的数值，单位为毫克每升（mg/L）。

4.5.2 复配药剂中的苯并三氮唑含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w = \frac{f\rho_1 V_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

f ——稀释倍数（ $f=100/5$ ）；

ρ_0 ——从校准曲线上查得或按回归方程计算出的苯并三氮唑含量的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V_1 ——试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=50$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。水样两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1mg/L；复配药剂两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

5 高效液相色谱法

5.1 方法提要

试样用甲醇溶解，以甲醇-磷酸溶液为流动相，使用C18柱和紫外检测器，以外标法对复配药剂中的苯并三氮唑进行高效液相色谱分离和测定。

5.2 试剂或材料

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 一级水的规定。

5.2.1 甲醇：色谱纯。

5.2.2 磷酸溶液：0.1%。

5.2.3 苯并三氮唑标准物质：纯度不小于 99.5%。

5.2.4 苯并三氮唑标准贮备液：称取 0.1000g±0.0001g 苯并三氮唑标准物质，置于 50mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，摇匀。用移液管移取 2.50mL 至 50mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，摇匀，配制成质量浓度为 100mg/L 的标准贮备液，于 4℃ 保存，有效期三个月。

5.3 仪器设备

5.3.1 高效液相色谱仪，具有可变波长紫外检测器。

5.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

- 5.3.3 微量进样器：50 μ L。
 5.3.4 微孔滤膜：孔径 0.45 μ m，有机相。
 5.3.5 超声波清洗器。

5.4 试验步骤

5.4.1 样品处理

称取约1g（精确至0.0001g）复配药剂于50mL容量瓶中，加甲醇溶解、定容至刻度、摇匀。用移液管移取1mL至50mL容量瓶中，用流动相定容至刻度，摇匀。经0.45 μ m微孔滤膜过滤待测。

5.4.2 测定条件

高效液相色谱参考条件如下：

- 色谱柱： C_{18} 柱，250mm \times 4.6mm（内径），5 μ m，或相当者；
- 流动相：甲醇：磷酸溶液=40:60，经过膜过滤，并进行脱气；
- 流速：1.0mL/min；
- 检测波长：280nm；
- 柱温：30 $^{\circ}$ C；
- 进样量：5 μ L。

注：以上色谱条件系典型操作参数，可根据仪器特点，对上述参数适当调整，以期获得最佳效果。

5.4.3 校准曲线的绘制

用流动相将苯并三氮唑标准贮备液逐级稀释到质量浓度为2mg/L、4mg/L、6mg/L、8mg/L、10mg/L、20mg/L的系列标准溶液，供高效液相色谱测定。按5.4.2测定条件浓度依次由低向高进样测定，以测定的峰面积为纵坐标，对应的标准溶液质量浓度为横坐标，绘制校准曲线，并计算回归方程。

苯并三氮唑标准溶液的高效液相色谱图见附录A中图A.1。

5.4.4 测定

按5.4.2测定条件对待测样品进行测定，根据保留时间及紫外吸收光谱图初步定性，外标法定量。复配药剂中苯并三氮唑含量应在校准曲线的线性范围之内，超出线性范围应重新称量或稀释后再进行测定。同时作空白试验。

5.5 结果计算

复配药剂中的苯并三氮唑含量以质量分数 w 计，数值以%表示，按式（3）计算：

$$w = \frac{f(\rho_1 - \rho_0)V_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

f ——稀释倍数（ $f=50/1$ ）；

ρ_1 ——从校准曲线上查得或按回归方程计算出的试样中苯并三氮唑含量的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从校准曲线上查得或按回归方程计算出的空白试验中苯并三氮唑含量的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V_1 ——试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=50$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附 录 A
(资料性)

苯并三氮唑标准溶液的高效液相色谱图

苯并三氮唑标准溶液的高效液相色谱图，见图 A. 1。



图A. 1 苯并三氮唑标准溶液的高效液相色谱图