

ICS

中国标准文献分类号

T/CSCP

中国腐蚀与防护学会标准

T/CSCP 0025—2017

全国团体标准信息平台

水环境腐蚀试验环境因素监测

Monitoring method of environmental factors for corrosion tests in aqueous
environment

2014年1月1日发布

2018年1月1日实施

中国腐蚀与防护学会 发布

全国团体标准信息平台

目 次

1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 测试方法.....	1
5 监测报告.....	2
附录 A.....	3

全国团体标准信息平台

全国团体标准信息平台

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则进行起草。

本标准是对中国腐蚀与防护学会 2014 年发布的 FB/T 0025—2014《水环境腐蚀试验环境因素监测》按团体标准的编写要求和格式进行修订。

本标准由中国腐蚀与防护学会提出并归口。

本标准主要起草单位：北京科技大学。

本标准参加起草单位：中国科学院金属研究所、武汉材料保护研究所、钢铁研究总院青岛海洋腐蚀研究所、钢铁研究总院舟山海洋腐蚀研究所、中国船舶重工集团公司第七二五研究所、水利部水工金属结构质量检验检测中心、中国建筑材料科学研究总院、北京有色金属研究院。

本标准主要起草人：李晓刚、韩冰、杨朝晖、郑玉贵、姜胜利、黄桂桥、李文军、蒋荃、周学杰、郭为民、金威贤、任润桃、高瑾、张小阳、赵月红、杜翠薇、王占华、董超芳、吴俊升、肖葵、刘玉军、程学群、卢琳。

全国团体标准信息平台

水环境腐蚀试验环境因素监测

1 范围

本标准规定了水环境中暴露腐蚀试验环境因素监测的具体试验操作程序，规定了表层海水温度、盐度、电导率、pH值、溶解氧等环境因素测试的时间、频率和方法。适用于水环境试验站主要海水水文因素的测定，淡水水文因素的测定也可参照执行。

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 5776-2005 金属和合金的腐蚀 金属和合金在表面海水中暴露和评定导则
GB/T 6384-2008 船舶及海洋工程用金属材料在天然环境中的海水腐蚀试验方法
GB/T 12763-2007 海洋调查规范等标准
GB/T 14914-2006 海滨观测规范
GB/T 17378.4-2007 海洋监测规范 第4部分：海水分析

3 术语和定义

GB/T 10123-2001 界定的术语和定义适用于本文件。

采样地点

采样地点应在开展水环境暴露腐蚀试验的水环境试验站试验场内具有代表性点位。

4 测试方法

4.1 温度

每月测试日期：5，15，25

采样时刻：14时

测试水深(m)：0.2~1；

测量精度：±0.20C；

具体操作方法参考附录A1。

4.2 盐度

每月测试日期：5，15，25

采样时刻：14时

测试水深(m)：0~1

测量精度：±0.2

具体操作方法参考附录A2。

4.3 电导率

每月测试日期：5，15，25

采样时刻：14时

测试水深(m): 0~1

测量精度: 0.001

具体操作方法参考附录A2。

4.4 pH 值

每月测试日期: 5, 15, 25

采样时刻: 14时

测试水深(m): 0~1

测量精度: pH计电测法, 分辨率: 0.01pH

具体操作方法参考附录A3。

4.5 溶解氧

每月测试日期: 5, 15, 25

采样时刻: 14时

测试水深(m): 0~1

测量方法: 碘量滴定法

具体操作方法参考附录A4。

4.6 流速

每月测试日期: 5, 15, 25

采样时刻: 8时~第2天9时, 每小时一次, 整时

测试水深(m): 0~3

测量方法: 自记海流计法

具体操作方法参考附录A5。

4.7 含沙量

每月测试日期: 5, 15, 25

采样时刻: 14时

测试水深(m): 0~1

测量方法: 过滤称重法

具体操作方法参考附录A6。

5 监测报告

- (1) 根据试验目的和要求等约定撰写监测报告;
- (2) 试验报告中应记录详细的测试结果、方法及误差分析等。
- (3) 按约定的格式、份数和时间提交报告;
- (4) 报告中应包括异常现象及其通过验证试验而作的合理解释。

附录A
(规范性附录)

基本水文因素测试方法

A.1 水温

采用表层水温表法。

A.1.1 测量方法

A.1.1.1 将水温表用绳索系牢，放入试验水域表层水中感温 2min 后，提起迅速读数；读数时，先读小数，后读整数，记录后应进行复读；读数经器差订正后即为水温温度；

A.1.1.2 当水面风浪较大或条件限制时，可用帆布桶采水（其容量约为 5~10 L）。观测：先将帆布桶放入水中感温 1min 后采水提上，再把水温表放入桶中搅动感温 2min 后读数，读数时，水温表储水杯不能离开采水桶中水面。

A.1.2 注意事项

A.1.2.1 读数时视线与表层水温表的毛细管顶端处在同一水平面，还要避免阳光的直接照射。

A.1.2.2 冬季采的水不应带有冰块或雪球。当冰情严重无法另点观测时，可作缺测处理。

A.1.2.3 表层温度表必须按检定规程进行定期检定。

A.2 盐度和电导率

采用盐度计法，也可采用银量滴定法。

实验室用的盐度计分为感应式、电极式两种类型。

A.2.1 适用范围和应用领域

适用于在陆地或船上实验室中测量海水样品的盐度。典型的仪器应用范围。

$$2 \ll S \ll 42, -2^{\circ}\text{C} \ll \theta \ll 35^{\circ}\text{C}$$

A.2.2 基本原理

测量海水样品与标准海水在 101325Pa 下的电导率比 R_{θ} ，再查国际海洋常用表，得出海水样品的实用盐度。或由下式计算：

$$S = a_0 + a_1 R_{\theta}^{\frac{1}{2}} + a_3 R_{\theta}^{\frac{3}{2}} + a_4 R_{\theta}^2 + a_5 R_{\theta}^{\frac{5}{2}} + \frac{\theta - 15}{1 + K(\theta - 15)} (b_0 + b_1 R_{\theta}^{\frac{1}{2}} + b_2 R_{\theta} + b_3 R_{\theta}^{\frac{3}{2}} + b_4 R_{\theta}^2 + b_5 R_{\theta}^{\frac{5}{2}})$$

式中： $a_0=0.0080$ $a_1=-0.169 2$ $a_2=25.385$
 $a_3=14.0941$ $a_4=7.026 1$ $a_5=2.7081$
 $K=0.0162$ $b_0=0.0005$ $b_1=-0.0056$
 $b_2=-0.006 6$ $b_3=-0.037 5$ $b_4=0.063 6$
 $b_5=-0.014 4$

R_{θ} ——被测海水与实用盐度为 35 的标准海水在温度为 θ 时的电导率的比值(均在 101325Pa 下)。

A.2.3 试剂及其配制

标准海水。

A.2.4 仪器与设备

仪器型号不限，仅以 WUS 型感应式盐度计为例介绍测量方法。

主要技术指标：电导率比 0.07~1.2；测量准确度 0.01；测量：精密度 0.003；盐度分辨率 0.001；测温电桥准确度 0.5℃。

A.2.5 分析步骤

A.2.5.1 准备：将被测样品放置至与标准海水温差在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 内，以备测量。

A.2.5.2 测温测盐检查

(1) 将温盐转换开关转到测温档，将读取的温度与室温比较，其偏差在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 范围内，则测温桥路正常。

(2) 将储水杯下面的放水旋钮拧紧。将盐度已知的海水置于电导池下面的进水管处，电导池旋塞置进水位置，打开气泵开关，用左手中指按紧储水杯上面的气孔，此时海水将缓缓注入电导池。当电导池出水口有少许海水溢入储水杯时，即将电导池进水旋塞置关闭位置，放开手指，关闭气泵，此时电导池内充满海水。根据实测水温，从仪器面板温度换算表上查出对应的 R_2 值，将 R_2 置于相应的位置。将温盐转换开关转到测盐档， R_0 旋钮置于已知海水电导率比的位置，调节 R_1 旋钮，指零表头指零，则测盐系统正常。

A.2.5.3 定标

(1) 将标准海水缓缓充入电导池内，清洗1~2次后，测量标准海水的温度，记入记录表内。

(2) 从仪器面板温度换算表上查出对应的 R_2 值，并将 R_2 旋钮旋至此值。

(3) 按标准海水盐度值查国际海洋学常用表 I_a 给出电导率比 R_{15} ，根据所测温度 t 和电导率比 R_{15} 查海洋学常用表 II_a ，给出盐度修正量 ΔS ，按公式 $S = S_{\text{未修正}} + \Delta S$ ，求得 $S_{\text{未修正}}$ ，再从表 I_a 查出对应的电导比 R_t 。此值即为所测温度 $t(^{\circ}\text{C})$ 下，标准海水电导率比的定标值。

例：标准海水盐度值 $S=34.544$

由导池温度 $\theta=21^{\circ}\text{C}$

由 I_a 表查出 $R_{15}=0.988\ 35$

由 II_a 表查 $t=21^{\circ}\text{C}$ ， $R_{15}=0.98\sim 0.99$ 得 $\Delta S=-0.001$

$S_{\text{未修正}} = S - \Delta S = 34.545$

查 I_a 表 $R_{21}=0.988\ 38$

将标准海水的定标值 R_t 旋到电导率比的相应位置上。

(4) 将温盐转换开关转到测盐档，调节 R_1 旋钮，使指零表头指零，关闭搅拌，将水放掉。如此重复充灌调节，直到出现重复读数为止，即完成仪器定标。将 R_1 值记入记录表内。

A.2.5.4 样品测量

启动气泵，将样品水缓缓吸入电导池内，清洗1~2次。当样品水从电导池溢水口溢出时，立即关闭电导池进水旋塞，断开气泵电源，启动搅拌。温盐转换开关转到测温档，测量海水样品的温度，记入记录表内。将温盐转换开关转到测盐档，调节 R_t 旋钮，使指零表头指零，关闭搅拌，放掉电导池的水样。若两次测量，电导比旋钮最后一位变动小于6时，则认为两次测量是重复的，将测得的海水样品的电导率比 R_t 数值记入表28内。

A.2.6 记录与计算

计算实用盐度有以下两种方法：

A.2.6.1 计算机处理

运用公式编制程序计算，计算结果应表示至小数点后第三位。

A.2.6.2 查国际海洋学常用表

若在 15°C 下测得电导率比值 R_{15} 时，可由表 I_a 内插表 I_b ，直接得到实用盐度。

例1：在 15°C 时测得的电导率比为0.954 27。

查表 I_a $R_{15}=0.954\ 20 \rightarrow S=33.214$

$R_{15}=0.954\ 30 \rightarrow S=33.217$
 $\delta S = 3 \times 10^{-3}$

查内插表 I_b ($\delta S = 3 \times 10^{-3}$)

$\delta R \times 10^5 = 7 \rightarrow \Delta S = 2 \times 10^{-3}$

则 $R_{15}=0.95427$ 时，实用盐度

$$S=33.214+2\times 10^{-3}=33.216$$

也可以查表 I_a, 然后用内插法计算得实用盐度。

在温度 θ 下测得电导率比值 R_{θ} , 可查表 I_a 和表 I_b 确定未修正盐度 $S_{\text{未修正}}$, 据所测电导率比值 R_{θ} 和温度 θ , 查表 II_a 和表 II_b 确定修正量 ΔS 。实用盐度 $S=S_{\text{未修正}}+\Delta S$ 。

例 2: 当温度为 28.6℃ 时, 测得电导率比为 0.823 54。

查表 I_a 和表 I_b, 得 $S_{\text{未修正}}=28.195$

查表 II_a, $t=28.0 \rightarrow \Delta S \times 10^3 = -40$

$t=29.0 \rightarrow \Delta S \times 10^3 = -43$

$\delta S \times 10^3 = -3$

$\delta t = 28.6 - 28.0 = 6 \times 10^{-1}$

查表 II_b, $\left. \begin{array}{l} \delta t \times 10 = 6 \\ \delta S \times 10^3 = 3 \end{array} \right\} \Delta' S \times 10^3 = 2$

修正量 $\Delta S \times 10^3 = -40 - 2 = -42$

实用盐度 $S = S_{\text{未修正}} + \Delta S = 28.195 - 0.042 = 28.153$

A.2.7 注意事项

A.2.7.1 250ml 样品瓶及瓶塞必须用同一水样严格清洗 3 次后, 再装取测试水样。使用后的样品瓶应盛有部分海水, 在下次取样的时放掉。

A.2.7.2 向导池内充灌海水样品时, 要注意避免电导池内有气泡产生。若有气泡, 测量读数一般会偏小, 此时应重新充灌测量。产生气泡的原因较多, 主要有以下几种:

(1) 充灌速度太快, 气泡来不及逸出而附着在电导池壁上。消除方法: 调节储水杯上面的调速小螺丝, 使充灌时间大于 10s。

(2) 电导池被脏物或油垢污染, 容易附着气泡。一般情况下, 可用配制的 30% 洗洁净溶液充灌清洗, 再用蒸馏水清洗。特别情况下, 需拆下电导池壳清除油污或脏物时, 应特别小心, 不要损坏电导池内的热敏电阻加热器。

(3) 热敏电阻的密封环节有漏气处, 容易引进气泡。可适当拧紧螺丝, 但不宜过紧, 以免损坏热敏电阻。

(4) 进水旋塞磨损, 气泡和水会同时进入电导池。可将旋塞左边有机玻璃螺母拧紧。若还不行, 可取出旋塞, 将孔清洗干净, 薄薄地涂上一层真空脂(不可涂得过多, 以免污染电导池), 装上旋塞。

A.2.7.3 向电导池充灌水样时, 要先把进水管内的残留水样放掉, 擦干进水管, 再按分析步骤中所述程序进行。否则, 残留水会污染水样。

A.2.7.4 连续测量时, 应用标准海水或工作副标准海水定时检验仪器, 并将检测的数值填入记录表内。间断测量时, 按需要随时检验校准仪器, 确保测量数据的准确可靠, 并将校准的情况, 记入记录表内, 以备分析参考。

A.2.7.5 加热器一般在仪器调节温度补偿时使用, 测量时不用。电导池无水时, 严禁开加热器, 以免烧坏加热器和探头。

A.2.7.6 经常注意泄放储水杯内的残水, 切不可使存水接近气孔。否则, 开气泵时会把水吸入气泵, 损坏气泵。

A.3 pH 值

采用 pH 计法。

A.3.1 适用范围和应用领域

本法适用于大洋和近岸海水 pH 值的测定。

水样采集后, 应在 6h 内测定。如果加入 1 滴氯化汞溶液, 盖好瓶盖, 允许保存 2 天。

水的色度、浑浊度、胶体微粒、游离氯、氧化剂、还原剂以及较高的含盐量等干扰都较小，当 pH 大于 9.5 时，大量的钠离子会引起很大误差，读数偏低。

A.3.2 方法原理

将玻璃-甘汞电极对插入水样中，组成电池，则水样的 pH 与该电池的电动势(E)有如下线性关系下式：

$$\text{pH}_s = A + \frac{E_x}{2.302 \frac{6RT}{F}}$$

当玻璃-甘汞电极对插入标准缓冲溶液时，则得：

$$A = \text{pH}_s - \frac{E_s}{2.302 \frac{6RT}{F}}$$

在同一温度下，分别测定同一电极对在标准缓冲溶液和水样中的电动势，则水样的 pH 值为：

$$\text{pH}_x = \text{pH}_s + \frac{E_x \cdot E_s}{2.302 \frac{6RT}{F}}$$

式中：pH_x——水样的 pH 值；

pH_s——标准缓冲溶液的 pH 值；

E_x——玻璃-甘汞电极对插入水样的电动势；

E_s——玻璃-甘汞电极对插入标准缓冲溶液中的电动势；

R——气体常数；

F——法拉第常数；

T——绝对温度 K。

A.3.3 试剂及其配制

除非另作说明，所用试剂均为分析纯，水为去离子水或等效纯水。

A.3.3.1 标准缓冲溶液(均用 pH 标准缓冲物质配制)

(1)邻苯二甲酸氢钾标准缓冲溶液： $c(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=0.05 \text{ mol/L}(25^\circ\text{C} \text{时}, \text{pH}_s=4.003)$ 。

邻苯二甲酸氢钾的 pH 标准缓冲物质，有小塑料袋和瓶装两种，配制方法如下：

a)袋装配制法：

在 250 ml(或 500 ml)量瓶中(根据袋中标准缓冲物质量，选择量瓶大小)，按袋上的说明配制成所需的浓度。保存于聚乙烯瓶中。

b)瓶装配制法：

称取 5.10 g 邻苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)预先在 $115^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ ，烘 2~3 h，于干燥器中冷却)，溶于水并稀释至 500 ml，混匀。保存于聚乙烯瓶中。

(2)0.025 mol/L 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 0.025 mol/L 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)混合标准缓冲溶液(25°C 时， $\text{pH}_s=6.864$)：

磷酸二氢钾和磷酸氢二钠的 pH 标准缓冲物质，有小塑料袋装(混合磷酸盐)和瓶装(两种 pH 标准缓冲物质分别包装)两种。配制方法如下：

a)袋装配制法：

在量瓶(根据袋上说明确定量瓶大小)中按袋上说明配制成所需浓度后，保存于聚乙烯瓶中。

b)瓶装配制法：

迅速称取 3.40 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 3.55 g 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)(均预先在 $115 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘 2~3 h，于干燥器中冷却)溶于蒸馏水，转入 1 000 ml 量瓶中，加水至标线，混匀。

(3) 0.008 695 mol/L 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 0.030 43 mol/L 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)标准混合缓冲溶液(25°C 时， $\text{pH}=7.413$)：

磷酸二氢钾和磷酸氢二钠两种 pH 标准缓冲物质分别用瓶包装，配制方法如下：

迅速称取 1.18 g 磷酸二氢钾和 4.31 g 磷酸氢二钠(均预先在 $115^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘 2~3 h，于干燥器中冷却)，溶

于水, 全量移入 1 000 ml 量瓶中, 加水至标线, 混匀。保存于聚乙烯瓶中。

(4) 硼砂标准缓冲溶液: $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})=0.010 \text{ mol/L}$ (25℃时, $\text{pH}_s=9.182$)。

硼砂的 pH 标准缓冲物质也有塑料袋装和瓶装两种, 配制方法如下:

a) 袋装配制法:

在 500 ml 量瓶中, 按袋上说明配制成所需浓度后, 分装于 5 个 100 ml 聚乙烯瓶中, 瓶口用石蜡熔封。

b) 瓶装配制法:

称取 1.91 g 硼砂(预先在盛有蔗糖饱和溶液的干燥器中平衡两昼夜), 溶于刚煮沸冷却的蒸馏水, 全量转入 500 ml 量瓶中, 加水至标线, 混匀。分装于 5 个 100 ml 聚乙烯瓶中, 瓶口用石蜡熔封, 有效期为三个月, 经常使用的缓冲溶液, 每周更换一次。

各种标准缓冲溶液的 pH 值随温度的变化而变化。0~45℃的 pH 值列于表 3-1 中。

A.3.3.2 饱和氯化钾溶液:

称取 40 g 氯化钾(KCl), 加 100 ml 水, 充分搅拌后盛于试剂瓶中(此溶液应与氯化钾固体共存)。

表 3-1 0~45℃标准缓冲物质的 pH 值

温度, °C	邻苯二甲酸氢钾	混合磷酸盐	磷酸盐	硼砂
0	4.006	6.981	7.534	9.458
5	3.999	6.949	7.500	9.391
10	3.996	6.921	7.472	9.330
20	3.998	6.879	7.429	9.226
25	4.003	6.864	7.413	9.182
30	4.010	6.852	7.400	9.142
35	4.019	6.844	7.389	9.105
40	4.029	6.838	7.380	9.072
45	4.042	6.834	7.373	9.042

A.3.3.3 氯化汞溶液: 25 g/L。

注意: 氯化汞剧毒: 小心操作。

称取 2.5 g 氯化汞(HgCl_2), 溶于水并稀释至 100 ml, 混匀。盛于棕色试剂瓶中。

A.3.4 仪器及设备

- pH 计: 精度为 0.01, 附玻璃电极和甘汞电极;
- 聚乙烯洗瓶: 500 ml 1 个;
- 温度计: 0~60℃ 1 支;
- 烧杯: 150 ml 2 个;
- 滴瓶: 60 ml 棕色、无色各 1 个;
- 聚乙烯瓶: 100 ml 5 个; 500 ml 1 个; 1 000 ml 2 个;
- 广口瓶: 50 ml 1 个;
- 试剂瓶: 棕色 100 ml, 2 个;
- 量瓶: 250 ml 1 个; 50 ml 1 个; 1 000 ml 2 个;
- 一般实验室常备仪器和设备。

A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 仪器接通电路，预热 20 min。将 pH-mV 选择开关置于“pH”位置。

A.3.5.2 装上烧杯架、电极夹等，将玻璃电极和甘汞电极分别固定在夹子上(甘汞电极的下端应比玻璃电极的下端略低一些)。电极分别接入相应的插孔和接线柱上。

A.3.5.3 用水淋洗电极(甘汞电极内要有结晶的氯化钾，并将下端橡胶塞拔除)，经滤纸吸干后，电极移入定位的标准缓冲溶液中

A.3.5.4 定位

在测试样品前，要首先用标准缓冲溶液标定。选择 pH 值与待测溶液的 pH 值相近的标准缓冲溶液作为定位溶液，如果不知被测溶液的大概范围时，选用磷酸盐标准缓冲溶液。定位步骤如下：

- (1) 使仪器温度补偿器的刻度与溶液的温度一致。
- (2) 仪器调零，使之显示于±0 之间。
- (3) 按下“读数”开关，调节“定位器”，使显示读数为该温度下的 pH 值(由表 3-1 中查得)，注意定位时，必须使电极电位充分平衡稳定。
- (4) 定位完毕，放开读数开关“定位”旋钮就不得随意旋转，否则需重新定位。

A.3.5.5 样品的测定

- (1) 移上电极，用蒸馏水淋洗电极末端经滤纸吸干，插入待测溶液，不时旋动盛溶液的烧杯，使电极电位充分平衡。
- (2) 使仪器“温度补偿器”的刻度与被测溶液的温度一致。
- (3) 仪器调零，按下“读数开关”，读取被测样品的 pH 值，放开“读数开关”，将数据填在 pH 分析记录表中。
- (4) 如果仪器使用 2~3 h 后，或者温度变化超过 2℃时需重新定位。
- (5) 测定后，移出电极，用蒸馏水淋洗干净，将甘汞电极的橡皮塞套好，存放在电极盒内，玻璃电极浸放在蒸馏水中。

A.3.6 记录与计算

按分析记录表的要求将数据逐项填写并计算。

将实验室测得的数据换算成现场的 pH 值，应按下式进行温度和压力校正。

$$\text{pH}_w = \text{pH}_m + \alpha(t_m - t_w) - \beta d$$

式中：pH_w，pH_m——分别为现场和实验室测定 pH 值；

t_w 和 t_m——分别为现场和实验室测定的水温，(℃)；

d——水样的深度，(m)；

α——温度校正系数；

β——压力校正系数；

α(t_m-t_w)和 β 值由表 3-2 和表 3-3 中查得。如果水样深度在 500m 以内，不作压力校正，则上式简化为：

$$\text{pH}_w = \text{pH}_m + \alpha(t_m - t_w)$$

表 3-2 pH 测定的温度校正系数 α(t_m-t_w)表

(t _m -t _w), °C	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8.0	8.1	8.2	8.3	8.4	8.5	8.6
1	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01

2	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
3	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04
4	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	0.05
5	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.06
6	0.05	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07
7	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08
8	0.07	0.07	0.07	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.09	0.09	0.09	0.09
9	0.07	0.08	0.08	0.08	0.09	0.09	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11
10	0.08	0.09	0.09	0.09	0.10	0.10	0.10	0.11	0.11	0.11	0.12	0.12
11	0.09	0.09	0.10	0.10	0.11	0.11	0.11	0.12	0.12	0.12	0.13	0.13
12	0.10	0.10	0.11	0.11	0.12	0.12	0.12	0.13	0.13	0.14	0.14	0.14
13	0.11	0.11	0.12	0.12	0.12	0.13	0.13	0.14	0.14	0.15	0.15	0.16
14	0.12	0.12	0.13	0.13	0.13	0.14	0.14	0.15	0.15	0.16	0.16	0.17
15	0.13	0.13	0.14	0.14	0.14	0.15	0.15	0.16	0.16	0.17	0.17	0.18
16	0.13	0.14	0.14	0.15	0.15	0.16	0.16	0.17	0.18	0.18	0.19	0.19
17	0.14	0.15	0.15	0.16	0.16	0.17	0.18	0.18	0.19	0.19	0.20	0.20
18	0.14	0.15	0.16	0.17	0.17	0.18	0.19	0.19	0.20	0.20	0.21	0.22
19	0.15	0.16	0.17	0.18	0.18	0.19	0.20	0.20	0.21	0.21	0.22	0.23
20	0.16	0.17	0.18	0.19	0.19	0.20	0.21	0.21	0.22	0.23	0.23	0.24
21	0.17	0.18	0.19	0.20	0.20	0.21	0.22	0.22	0.23	0.24	0.24	0.25
22	0.18	0.19	0.20	0.20	0.21	0.22	0.23	0.23	0.24	0.25	0.26	0.26
23	0.19	0.20	0.21	0.21	0.22	0.23	0.24	0.24	0.25	0.26	0.27	0.28
24	0.20	0.21	0.22	0.22	0.23	0.24	0.25	0.25	0.26	0.27	0.28	0.29
25	0.21	0.22	0.22	0.23	0.24	0.25	0.26	0.26	0.28	0.28	0.29	0.30

例：现场水温 $t_w=24.36^\circ\text{C}$

测定时水温 $t_m=22.45^\circ\text{C}$

$t_m-t_w=22.45^\circ\text{C}-24.36^\circ\text{C}=-1.91^\circ\text{C}$

测得 $\text{pH}_m=8.14$

从表 3-2 中查得校正值为 -0.02 (因为 $t_m < t_w$)，故： $\text{pH}_w=8.14-0.02=8.12$

表 3-3 pH 测定的压力校正系数 β 表

pH_m	7.5	7.6	7.7	7.8	7.9	8.0	8.1	8.2	8.3	8.4
---------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

$\beta \times 10^6$	35	31	28	25	23	22	21	20	20	20
---------------------	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----

A.3.7 注意事项

A.3.7.1 仪器“读数”开关、玻璃电极插孔、甘汞电极、接线柱等必须保持干燥、洁净。

A.3.7.2 出海前应检查仪器，方法如下：首先仪器用混合磷酸盐缓冲溶液(附录三 3.1.2)定位，再分别测定硼砂缓冲溶液和邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液的 pH 值，如果测定值与标准值之差超过 ± 0.03 ，应查明原因，加以纠正。常见的故障及排除方法如下：

(1) 因缓冲溶液变质(出现絮凝体等)引起 pH 值改变，应更换缓冲溶液。为防止缓冲溶液变质，可预先在溶液中加入几颗百里香酚小晶体。

(2) 因玻璃电极钝化，使 pH 响应不好，可用 6 mol/L 盐酸或 20% 氟化氢铵溶液(NH_4HF_2)浸洗。若仍无改善，则更换玻璃电极。

(3) 因甘汞电极的氯化钾溶液中有气泡，导致断路或测定不稳定，应排出液柱中的气泡。并注满氯化钾饱和溶液。

(4) 因电极接线接触不好，或者仪器受潮仪表针不稳定，应将接线重新接好或者对仪器进行干燥处理。

A.3.7.3 测量时，电极必须浸入溶液，否则容易造成开路，损坏仪器。

A.3.7.4 每批水样测定前，仪器须用磷酸盐缓冲溶液定位一次，如测定值与标准值的偏差超过 ± 0.01 ，必须重新定位。

A.3.7.5 玻璃电极球部很薄，切勿与硬物相碰而破碎，使用时应使甘汞电极略低于玻璃电极。

A.3.7.6 新玻璃电极在使用前应在水中浸泡 1~2 昼夜。

A.3.7.7 测定浑浊水样后，电极要立即冲洗干净。

A.3.7.8 海上测定工作结束后，应将玻璃电极小心放入盒中，并将 pH 计的“+”、“-”极短路。

A.4 溶解氧

采用碘量法。

A.4.1 适用范围和应用领域

本法适用于大洋和近岸海水及河水、河口水溶解氧的测定。

A.4.2 方法原理

水样中溶解氧与氯化锰(或硫酸锰)和氢氧化钠反应，生成高价锰棕色沉淀。加酸溶解后，在碘离子存在下即释出与溶解氧含量相当的游离碘，然后用硫代硫酸钠标准溶液滴定游离碘，换算溶解氧含量。

A.4.3 试剂及其配制

除另有说明，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水或等效纯水。

A.4.3.1 氯化锰溶液：

称取 210g 氯化锰($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)，溶于水，并稀释至 500ml。

A.4.3.2 碱性碘化钾溶液：

称取 250g 氢氧化钠(NaOH)，在搅拌下溶于 250ml 水中，冷却后，加 75g 碘化钾(KI)，稀释至 500ml，盛于具橡皮塞的棕色试剂瓶中。

A.4.3.3 硫酸溶液:1+1。

在搅拌下，将 50ml 浓硫酸(H_2SO_4 ， $\rho=1.84\text{g/ml}$)小心地加到同体积的水中，混匀。盛于试剂瓶中。

A.4.3.4 硫代硫酸钠溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.01\text{mol/L}$ 。

称取 25.0g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，溶解于 1000ml 新煮沸并已冷却的水中，加入 0.20g 无水碳酸钠，贮于棕色细口瓶中，放置一周后标定浓度。若溶液呈现浑浊时，必须过滤。此为硫代硫酸钠贮备溶液。

取 250ml 硫代硫酸钠贮备溶液，置于 500ml 容量瓶中，用新煮沸但已冷却的水稀释至标线，摇匀，贮于棕色细口瓶中。

标定方法：吸取三份 0.1000mol/L 碘酸钾溶液（2.9）10.00ml，分别置于 250ml 碘量瓶中，加 70ml 新煮沸并已冷却的水，加 1g 碘化钾，振摇至完全溶解后，加入 10ml 盐酸溶液（2.10），立即盖好瓶塞，摇匀。于暗处放置 5min 后，用 0.10mol/L 硫代硫酸钠贮备溶液（2.11）滴定至淡黄色，加 2ml 淀粉溶液（7.7.2.8），继续滴定溶液至蓝色刚好褪去为终点。记录滴定所消耗硫代硫酸钠标准溶液体积（ml），按下式计算硫代硫酸钠标准溶液浓度：

$$C_{Na_2S_2O_3} = \frac{0.1000 \times 10.0}{V}$$

式中： $C_{Na_2S_2O_3}$ —硫代硫酸钠贮备溶液的浓度（mol/L）；

V—滴定所消耗硫代硫酸钠标准溶液体积（ml）。

A.4.3.5 淀粉溶液：5g/L。

称取 0.5g 可溶性淀粉，用少量水调成糊状（可加 0.2g 氯化锌防腐），慢慢倒入 100ml 沸水中，继续煮沸至溶液澄清，冷却后贮于细口瓶中。临用现配。

A.4.3.6 碘化钾(KI，化学纯，干燥)。

A.4.3.7 碘酸钾标准溶液： $c(1/6KIO_3)=0.0100\text{mol/L}$

称取 3.567g 碘酸钾： (KIO_3) ，优级纯，预先在 120℃烘 2h，置于硅胶干燥器中冷却，溶于水中，全量移入 1000ml 量瓶中，加水至标线，混匀。置于冷暗处，有效期为一个月。使用时量取 10.00ml 加水稀释至 100ml，此液浓度为 0.0100mol/L。

A.4.4 仪器及设备

- 水样瓶：容积 125ml 左右，瓶塞为锥形，磨口要严密，容积须经校正；
- 玻璃管：直径 5~6mm，长 12cm；
- 乳胶管：直径同玻璃管，长 20~30cm；
- 溶解氧滴定管：25ml，分刻度 0.05ml；
- 电磁搅拌器：转速可调至 150~400r/min；
- 玻璃磁转子：直径约 3~5mm，长 25mm；
- 锥形烧瓶：250ml；
- 碘量瓶：250ml；
- 量筒：100ml；
- 烧杯：500，1000ml；
- 双联打气球；
- 试剂瓶：500ml，5 个；棕色 10，2 500ml；
- 定量加液器：5ml，4 个；
- 移液吸管：20ml；
- 一般实验室常备仪器和设备。

A.4.5 分析步骤

A.4.5.1 水样的固定

打开水样瓶塞，立即用定量加液器(管尖插入液面)依序注入 1.0ml 氯化锰溶液和 1.0ml 碱性碘化钾溶液，塞紧瓶塞(瓶内不准有气泡)，按住瓶盖将瓶上下颠倒不少于 20 次。

A.4.5.2 测定步骤

- (1) 样品固定后约 1h 或沉淀完全后打开瓶塞(若在水样瓶中全量滴定，则勿摇动沉淀，小心地虹吸出上部澄清液)，立即用定量加液器注入 1.0ml 硫酸溶液。
- (2) 塞好瓶塞，反复颠倒样品瓶至沉淀全部溶解。
- (3) 静置 5min，小心打开溶解氧瓶塞，量取 100ml(或适量)经上述处理后的水样，移入锥形瓶中(若全量滴定，可不移入锥形瓶)，并顺瓶壁轻轻放入一个玻璃磁转子，将锥形瓶置于滴定台上。

- (4) 将已标定的硫代硫酸钠溶液注满溶解氧滴定管，开动电磁搅拌器，进行滴定。
 (5) 待溶液呈淡黄色时，加 1ml 淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚刚退去。
 (6) 将滴定管读数记于溶解氧分析记录表中。

A.4.6 记录和计算

a) 水样中溶解氧浓度：

$$\rho_{O_2} = \frac{c \times V \times f_1 \times 8}{V_1} \times 1000$$

式中： ρ_{O_2} ——水样中溶解氧浓度，mg/L；

V ——滴定样品时用去硫代硫酸钠溶液体积，ml；

c ——硫代硫酸钠溶液的浓度，mol/L；

V_1 ——滴定时用全部或部分固定水样的体积，ml；

$f_1 = \frac{V_2}{V_2 - 2}$ ，其中 V_2 ——固定水样总体积(水样瓶的容积)，ml；2 为试剂(氯化锰溶液和碱性碘化钾溶液)体积，ml；

b) 饱和度的计算

$$\text{氧的饱和度}(\%) = O_2 / O'_2 \times 100$$

式中： O_2 ——测得的含氧量，mg/L；

O'_2 ——现场的水温及氯度条件下，样品中氧的饱和含量，mg/L。

A.4.7 注意事项

A.4.7.1 滴定临近终点，速度不宜太慢，否则终点变色不敏锐。如终点前溶液显紫红色，表示淀粉溶液变质，应重新配制。

A.4.7.2 水样中含有氧化性物质可以析出碘产生正干扰，含有还原性物质消耗碘产生负干扰。

A.5 流速

A.5.1 可利用自计海流计，借助于试验场内的浮船、浮标等进行观测。

A.5.2 观测的流速值规定为 3min 的平均流速，如流速的观测值不足 3min 的平均值，应在观测记录上说明取样时段。

A.6 含沙量测定方法

A.6.1 仪器

——干燥箱，温度可达到 105℃。

——无色玻璃干燥器，180mm。

A.6.2 实验方法

A.6.2.1 将滤纸放在称量瓶内，在 103—105℃ 烘至恒重。

A.6.2.2 剧烈振摇水样，迅速用量筒量取 100ml 水样并使之全部通过滤纸。如果泥沙含量小，可增加水样体积。

A.6.2.3 将滤纸及泥沙在 103—105℃ 烘干 1 小时，放入干燥器内冷却半小时，称重。重复烘干，直到恒重(两次称量之差小于 0.4 毫克)。

A.6.3 计算公式

$$\text{含沙量(千克 / 立方米)} = (A - B) \times 1000 / V$$

式中：A—滤纸加泥沙重(克)；

B—滤纸重(克)；

V—水样体积(毫升)

全国团体标准信息平台

全国团体标准信息平台