

ICS 27.100

F 23

备案号: 50755-2015

DL

# 中华人民共和国电力行业标准

DL/T 425 — 2015

代替 DL/T 425.1~DL/T 425.6 — 1991

## 火电厂用工业氢氧化钠试验方法

Test method for sodium hydroxide for industrial use in fossil-fired power plant

2015-07-01 发布

2015-12-01 实施

国家能源局 发布



目 次

前言 ..... II

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 要求 ..... 1

4 氢氧化钠及碳酸钠含量的测定 ..... 1

5 工业氢氧化钠中铁的测定 ..... 3

6 工业氢氧化钠中氯化钠含量的测定 ..... 4

7 采样方法及安全注意事项 ..... 5

# 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 《标准化工作导则 标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准与 DL/T 425.1～DL/T 425.6—1991 相比，除在结构上进行调整及编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 产品的性能指标参照相关标准进行了修订；
- 对 DL/T 425.1～DL/T 425.6—1991 系列标准进行了整合；
- 取样量及测试条件等根据实际操作条件进行了调整。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司、四川省电力工业调整试验所。

本标准主要起草人：田利、史庆琳、杨胜、张广文、沈肖湘、张龙明、李荣晖。

本标准自实施之日起代替 DL/T 425.1—1991 《工业用氢氧化钠试验方法》、DL/T 425.2—1991 《工业氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定——滴定法》、DL/T 425.3—1991 《工业氢氧化钠中氯化钠含量的测定——汞量法》、DL/T 425.4—1991 《工业氢氧化钠中铁的测定——邻菲罗啉分光光度法》、DL/T 425.5—1991 《工业氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定——容量法》、DL/T 425.6—1991 《工业氢氧化钠中氯化钠含量的测定——硝酸银容量法》。

本标准在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

# 火电厂用工业氢氧化钠试验方法

## 1 范围

本标准规定了工业用氢氧化钠纯度及杂质含量的测定方法。  
本方法适用于火电厂用工业氢氧化钠纯度的测定。

## 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则
- GB/T 11193—2006 高纯氢氧化钠

## 3 要求

- 3.1 外观：为黏稠状液体。
- 3.2 电厂用工业液体氢氧化钠指标应符合表 1 给出的指标要求。符合本标准的工业氢氧化钠，可用于发电厂水处理系统阴离子交换器的再生，精处理系统再生使用的氢氧化钠应符合 GB 11193—2006 中优等品指标要求或用离子交换膜法生产的氢氧化钠优等品指标要求。

表 1 电厂用工业液体氢氧化钠产品指标 %

项目	离子交换膜法生产的液体氢氧化钠					
	I			II		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
氢氧化钠（以 NaOH 计）质量分数	≥45.0			≥30.0		
碳酸钠（以 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 计）质量分数	≤0.2	≤0.4	≤0.6	≤0.1	≤0.2	≤0.4
氯化钠（以 NaCl 计）质量分数	≤0.02	≤0.03	≤0.05	≤0.005	≤0.008	≤0.01
三氧化二铁（以 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 计）质量分数	≤0.002	≤0.003	≤0.005	≤0.000 6	≤0.000 8	≤0.001

## 4 氢氧化钠及碳酸钠含量的测定

### 4.1 方法概要

试样溶液中先加入氯化钡，使碳酸钠转化为碳酸钡沉淀，以酚酞为指示剂，用盐酸标准溶液滴定，溶液由红色变为无色即为终点，反应消耗的盐酸与氢氧化钠含量呈正比关系，根据消耗的盐酸量即可计

算得出氢氧化钠含量；另取试样以甲基橙为指示剂，用盐酸标准溶液滴定，溶液由黄色变为橙色即为终点，测得氢氧化钠与碳酸钠的总和，再减去氢氧化钠含量，即可算出碳酸钠含量。

4.2 试剂

4.2.1 本标准所有使用的试剂及水纯度如无特殊规定应符合 GB/T 6903 的规定。

4.2.2 氯化钡溶液：100g/L。

4.2.3 酚酞乙醇溶液：10g/L，配制方法见 GB/T 603。

4.2.4 甲基橙溶液：1g/L，配制方法见 GB/T 603。

4.2.5 盐酸标准溶液： $c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$ ，配制及标定方法见 GB/T 601。

4.3 测定方法

4.3.1 试样溶液的制备

用干燥的 100mL 烧杯，迅速称取液态氢氧化钠 10g（称准至 0.01g），加二级试剂水溶解后定量转移至 250mL 容量瓶中，冷却到室温后稀释至刻度，摇匀。

4.3.2 氢氧化钠含量的测定

用移液管移取 50mL 试样溶液（4.3.1），注入 250mL 锥形瓶中，加入 10mL 氯化钡溶液（4.2.2），再加入 2 滴~3 滴酚酞指示剂溶液（4.2.3），充分摇匀，用 1mol/L 盐酸标准溶液（4.2.5）滴定，溶液由红色变为无色为终点，记录所消耗盐酸标准溶液的体积  $V$ 。

4.3.3 氢氧化钠和碳酸钠含量的测定

用移液管移取 50mL 试样溶液（4.3.1），注入 250mL 锥形瓶中，加 2 滴~3 滴甲基橙指示剂溶液（4.2.4），充分摇匀，用 1mol/L 盐酸标准溶液（4.2.5）滴定，溶液由黄色变为橙色为终点，记录所消耗盐酸标准溶液体积（ $V_1$ ）。

4.4 结果的计算

4.4.1 氢氧化钠含量  $w_1$ （以质量百分数表示）按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{cVM_1}{m \times \frac{50}{250} \times 1000} \times 100\% \tag{1}$$

式中：

- $c$  —— 盐酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；
- $V$  —— 滴定消耗盐酸标准溶液的体积，mL；
- $M_1$  —— 氢氧化钠的摩尔质量，取  $M_1=40.00\text{g/mol}$ ；
- $m$  —— 试样质量，g。

4.4.2 碳酸钠含量  $w_2$ （以质量百分数表示）按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{c(V_1 - V)M_2}{m \times \frac{50}{250} \times 1000} \times 100\% \tag{2}$$

式中：

- $c$  —— 盐酸标准溶液的浓度，mol/L；
- $V$  —— 以酚酞为指示剂滴定时，盐酸标准滴定溶液的用量，mL；
- $V_1$  —— 以甲基橙为指示剂滴定时，盐酸标准滴定溶液的用量，mL；
- $M_2$  —— 碳酸钠的摩尔质量，取  $M_2=52.99\text{g/mol}$ ；
- $m$  —— 试样质量，g。

4.5 测量允许误差

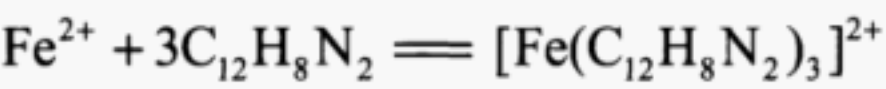
氢氧化钠含量平行测定的允许误差应为 0.10%。  
碳酸钠（液态氢氧化钠中）含量平行测定的允许误差应为 0.03%。



5 工业氢氧化钠中铁的测定

5.1 方法概要

用盐酸羟胺（NH<sub>2</sub>OH·HCl）将高铁（三价铁）还原成亚铁（二价铁）。在 pH=4~5 的条件下，亚铁与邻菲罗啉生成橘红色络合物，用分光光度法测定氢氧化钠中铁含量。反应如下：



5.2 试剂

- 5.2.1 浓盐酸。
- 5.2.2 盐酸：1+1。
- 5.2.3 硝基酚指示剂。
- 5.2.4 氨水：1+1。
- 5.2.5 盐酸羟胺溶液（100g/L）：称取 10g 盐酸羟胺，加少量二级试剂水，待溶解后用二级试剂水稀释至 100mL，摇匀贮于棕色瓶中。
- 5.2.6 刚果红试纸。
- 5.2.7 邻菲罗啉溶液 1g/L：称取 1.0g 邻菲罗啉溶于 100mL 无水乙醇中，用二级试剂水稀释至 1L，摇匀贮于棕色瓶中（存放在冰箱中避光保存）。
- 5.2.8 乙酸-乙酸铵缓冲溶液：称取 100g 乙酸铵溶于 100mL 二级试剂水中，加 200mL 冰乙酸，用二级试剂水稀释至 1L，摇匀后贮存。
- 5.2.9 铁标准贮备溶液（1mL 含 1mgFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）：称取 0.699 0g 纯铁丝，加入 50mL（1+1）盐酸溶液，加热溶解后，加少量过硫酸铵，煮沸数分钟，定量转移至 1L 容量瓶中，冷却后用二级试剂水稀释至刻度，摇匀，存放于聚乙烯瓶中。
- 5.2.10 铁工作溶液（1mL 含 0.01mgFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）：用移液管取 1mL 铁标准贮备溶液（4.2.2.7）至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，该溶液使用前配置。

5.3 仪器

分光光度计。

5.4 测定方法

5.4.1 工作曲线的绘制

5.4.1.1 按表 2 取铁工作溶液注入一组 100mL 容量瓶中，加入约 50mL 水。

表 2 铁工作曲线的制作

序 号	1	2	3	4	5	6
加入铁标准溶液体积 mL	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
相当于 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 的含量 mg	0	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50

注：可根据氢氧化钠中铁含量来选取不同浓度铁工作液制作工作曲线。

- 5.4.1.2 加入 1mL 浓盐酸，摇匀。再加入 1mL 盐酸羟胺溶液，摇匀。静置 5min 后，加入 5mL 邻菲罗啉溶液（5.2.7），摇匀后向容量瓶中加入一小块刚果红试纸，慢慢滴加氨水调节 pH 值至 3.8~4.1，使刚果红试纸由蓝色转变为紫红色。
- 5.4.1.3 各加入 5mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液，用二级试剂水稀释至刻度，摇匀。
- 5.4.1.4 静置 15min 后，在分光光度计上波长 510nm 处，用 10mm 比色皿（或 20mm 比色皿）以空白溶液为参比，测定各显色液的吸光度值，按所测吸光度值和相应的铁含量绘制工作曲线。

5.4.2 试样的测定

5.4.2.1 试样溶液的制备

用干燥的 100mL 烧杯称取 20g 样品，称准至 0.1g，置于 400mL 烧杯中，加入二级试剂水 100mL，再加入 2 滴~3 滴对硝基酚指示剂溶液（0.25%），用（1+1）盐酸中和到黄色消失为止，再过量 2mL，加热煮沸 5min，冷却后移入 250mL 容量瓶中，用二级试剂水稀释至刻度，摇匀。

5.4.2.2 试样中铁含量的测定

用移液管移取 50mL 试样溶液，注入 100mL 容量瓶中，按 5.4.1 条的步骤进行显色，并测定吸光度值，根据标准曲线查出试样三氧化二铁的含量（mg）。

5.5 结果的计算

三氧化二铁的含量  $w_3$ （以质量百分数表示）按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1}{m \times \frac{50}{250} \times 1000} \times 100\% \tag{3}$$

式中：

$m_1$ ——标准曲线查出的三氧化二铁的含量，mg；

$m$ ——试样质量，g。

5.6 允许差

三氧化二铁的含量平行测定两次的允许误差应为 0.001%。

6 工业氢氧化钠中氯化钠含量的测定

6.1 方法概要

在硝酸介质中，氯离子与硫氰酸汞发生反应，形成氯化汞并释放出硫氰酸根，此时在溶液中加入三价铁，三价铁与硫氰酸根形成橘红色络合物，其显色强度与氯离子含量有关，浓度与吸光度呈线性关系。

6.2 试剂

6.2.1 试剂水：应符合 GB/T 6903 规定的 I 级试剂水的要求。

6.2.2 试剂纯度：试剂纯度应符合 GB/T 6903 的要求。

6.2.3 硝酸（5mol/L）：移取 380mL 浓硝酸，加入 600mL 试剂水，冷却至室温后定容至 1L。

6.2.4 硫酸铁铵溶液：称取 60g  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  溶于 1L 硝酸（6.2.3），装入棕色瓶保存。如有浑浊必须过滤后再使用。

6.2.5 硫氰酸汞乙醇溶液：称取 1.5g 硫氰酸汞溶于 500mL 乙醇中，装入棕色瓶保存。

6.2.6 氯离子贮备液（1mL 含 1mg  $\text{Cl}^-$ ）：准确称取 1.648 0g 经 600℃灼烧 1h 的基准氯化钠，用试剂水溶解后定量转移至 1000mL 容量瓶，稀释至刻度。

6.2.7 氯离子标准溶液（1mL 含 0.01mg  $\text{Cl}^-$ ）：准确移取氯离子贮备液 10.00mL 放入 1000mL 容量瓶，用试剂水稀释至刻度。

6.3 仪器

6.3.1 分光光度计：使用波长 460nm，配有 100mm 比色皿。

6.3.2 分析天平：感量 0.1mg。

6.4 分析步骤

6.4.1 应按系列要求绘制工作曲线：

- a) 按表 3 用移液管分别移取氯离子标准溶液 0mL~5mL 至一组 100mL 烧杯中，用滴定管加水至总体积为 50.0mL。
- b) 加硫酸铁铵溶液 10mL，摇匀。
- c) 加硫氰酸汞乙醇溶液 5mL，摇匀，放置约 10min。



表 3 氯离子工作液的配制

编 号	1	2	3	4	5	6	7
加入氯离子标准溶液体积 mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
相当标样氯离子含量 mg/L	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
样品中相应的氯化钠含量		0.002%	0.004%	0.008%	0.012%	0.016%	0.020%

- d) 以试剂空白为参比，在波长 460nm 处，用 100mm 比色皿测定吸光值。
- e) 绘制氯离子含量和吸光值的工作曲线或计算回归方程。
- 6.4.2 样品的测定应符合下列要求：
- a) 用移液管移取 10mL 样品（4.3.1），注入 100mL 烧杯中。
- 注：I 型离子交换膜法生产的液体氢氧化钠（含量大于 45%）的取样量可适当减少，一般取 5mL 样品。
- b) 用硝酸（6.2.3）调节样品 pH 值，至 pH 试纸显中性，加水使总体积为 50mL。
- c) 以测定工作曲线同样的步骤显色，测定吸光值。
- d) 根据测得的吸光度值，查工作曲线或由回归方程计算得出氯离子含量。

6.5 结果的计算

试样中氯化钠含量  $w_4$ （以质量百分数表示）按式（4）计算：

$$w_4 = \frac{a \times 50 \times 1.649\ 0}{m \times \frac{V}{250}} \times 100\%$$

(4)

式中：

$a$  ——从标准曲线上查得或由回归方程计算得出的氯离子含量，mg/L；

$V$  ——移取试样的体积，mL；

1.649 0 ——氯离子换算成氯化钠的系数；

50 ——样品的定容体积，mL；

$m$  ——试样质量，g。

6.6 允许差

氯化钠含量平行测定的允许误差应为 0.000 5%。

7 采样方法及安全注意事项

7.1 采样方法

- 7.1.1 工业用液态氢氧化钠用槽车或贮槽装运时，宜从上、中、下三处（上部离液面 1/10 液层、下部离底部 1/10 液层）取出等量试样（总样量不少于 500mL），混匀。
- 7.1.2 取样时应在试样瓶上说明生产厂名称、产品名称、类型、批号或槽车号、取样日期及取样人姓名。
- 7.1.3 检验结果中如有一项指标不符合规定，应重新自两倍量的桶中或重新从槽车中采样复验。复验的结果，只要有一项指标不符合规定，则整批产品为不合格品。

7.2 安全注意事项

氢氧化钠具有腐蚀性，操作时应穿防护服、戴防护眼镜和胶皮手套，使用相应的劳动保护用具。





中 华 人 民 共 和 国  
电 力 行 业 标 准  
火电厂用工业氢氧化钠试验方法  
**DL/T 425 — 2015**  
代替 DL/T 425.1~DL/T 425.6 — 1991

\*

中国电力出版社出版、发行  
(北京市东城区北京站西街 19 号 100005 <http://www.cepp.sgcc.com.cn>)  
北京九天众诚印刷有限公司印刷

\*

2016 年 2 月第一版 2016 年 2 月北京第一次印刷  
880 毫米×1230 毫米 16 开本 0.5 印张 12 千字  
印数 0001—1500 册

\*

统一书号 155123 · 2753 定价 **9.00 元**

敬 告 读 者

本书封底贴有防伪标签，刮开涂层可查询真伪  
本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

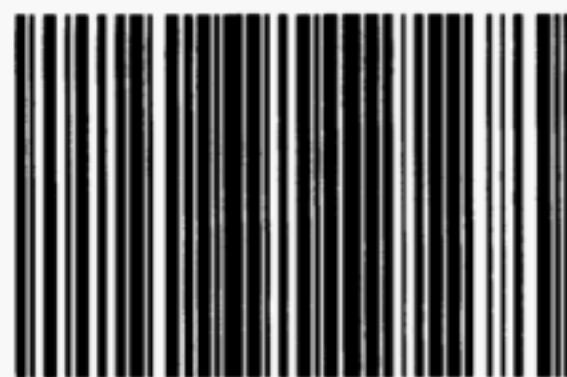
版 权 专 有 翻 印 必 究



中国电力出版社官方微信



掌上电力书屋



155123.2753