

ICS 71.040.40

G 76

备案号:37850—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4324—2012

### 清洗液中总铁含量的测定

Pickling solution—Determination of total iron content

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准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。

本标准起草单位：广州市特种承压设备检测研究院、中海油天津化工研究设计院、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、宁波市华测检测技术有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司。

本标准主要起草人：杨麟、邵宏谦、王崇、郭冰、沈烈翔、谢海垣、尹宗杰。

## 清洗液中总铁含量的测定

**警告:**本标准所使用的强酸具有腐蚀性,使用时应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。

### 1 范围

本标准规定了化学清洗时清洗液中总铁含量的测定方法。

本标准适用于清洗液中可溶性总铁以及含不溶铁、铁氧化物或铁络合物等的总铁含量的测定。

### 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,仅所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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

### 3 方法提要

在 pH 值为 2~3 的条件下, $\text{Fe}^{3+}$  与磺基水杨酸反应生成紫红色络合物,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至紫红色消失。用过硫酸铵将溶液中的  $\text{Fe}^{2+}$  氧化成  $\text{Fe}^{3+}$ ,溶液再次呈紫红色,继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至紫红色消失。根据乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液两次消耗的体积,可计算清洗液中  $\text{Fe}^{3+}$  含量与  $\text{Fe}^{2+}$  含量。 $\text{Fe}^{3+}$  含量与  $\text{Fe}^{2+}$  含量之和即为清洗液中的总铁含量。

### 4 试剂和材料

4.1 本标准所用试剂和水,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 试验中所需标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 之规定制备。

4.3 盐酸。

4.4 硝酸。

4.5 硫酸。

4.6 盐酸溶液:1+1。

4.7 盐酸溶液:1+4。

4.8 氨水溶液:1+1。

4.9 过硫酸铵溶液:10 g/L,此溶液应现用现配。

4.10 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$  约 0.01 mol/L。

4.11 磺基水杨酸指示液:100 g/L。

### 5 仪器、设备

5.1 氧瓶(winkler 瓶):100 mL。用盐酸溶液(4.6)洗涤,再用水充分清洗干净。

5.2 酸度计。

### 6 可溶性总铁的测定

#### 6.1 取样

加 2 mL 盐酸于 100 mL 氧瓶中,用被测清洗液完全充满,避免与空气接触。

6.2 测定

移取适量经滤纸过滤后的清洗液于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至约 100 mL,用氨水溶液和盐酸溶液(4.7)调节 pH 值至 2~3(用酸度计检验)。加 1 mL 磺基水杨酸指示液,摇匀,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至紫红色消失,记录所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积  $V_1$ 。再加 5 mL 过硫酸铵溶液,加热至 70℃左右,继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至紫红色消失,记录所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积  $V_2$ (不包括  $V_1$ )。

6.3 结果计算

6.3.1 清洗液中  $\text{Fe}^{3+}$  含量以质量浓度  $\rho_1$  计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(1)计算:

$$\rho_1 = \frac{V_1 c M}{V} \times 10^3 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $V_1$ ——滴定  $\text{Fe}^{3+}$  时(第一次)所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $M$ ——铁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=55.85$ );
- $V$ ——所取清洗液体积的数值,单位为毫升(mL)。

6.3.2 清洗液中  $\text{Fe}^{2+}$  含量以质量浓度  $\rho_2$  计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(2)计算:

$$\rho_2 = \frac{V_2 c M}{V} \times 10^3 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $V_2$ ——滴定  $\text{Fe}^{2+}$  时(第二次)所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- $c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $M$ ——铁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=55.85$ );
- $V$ ——所取清洗液体积的数值,单位为毫升(mL)。

6.3.3 清洗液中可溶性总铁含量以质量浓度  $\rho_3$  计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(3)计算:

$$\rho_3 = \rho_1 + \rho_2 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\rho_1$ ——清洗液中  $\text{Fe}^{3+}$  含量,单位为毫克每升(mg/L);
- $\rho_2$ ——清洗液中  $\text{Fe}^{2+}$  含量,单位为毫克每升(mg/L)。

6.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的相对平均偏差不大于 0.5 %。

7 含不溶铁、铁氧化物或铁络合物的清洗液中总铁的测定

7.1 取样

采集具有代表性的清洗液,取样后将样品摇匀。

7.2 测定

移取 1.0 mL~5.0 mL 清洗液于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸、20 mL 盐酸,混匀,于电炉上加热微沸。30 min 后加 5 mL 硫酸,继续加热蒸发至出现白色氧化硫烟雾,避免煮干。冷至室温后用水溶解,全部转移至 250 mL 锥形瓶中,加水至约 100 mL,摇匀。用氨水溶液和盐酸溶液(4.7)调节 pH 值至 2~3(用酸度计检验)。加 1 mL 磺基水杨酸指示液,再加 5 mL 过硫酸铵溶液,加热至 70℃左右,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至紫红色消失,记录所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积  $V_3$ 。

7.3 结果计算

含不溶铁、铁氧化物或铁络合物的清洗液中总铁含量以质量浓度  $\rho_4$  计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(4)计算:

$$\rho_4 = \frac{V_3 c M}{V} \times 10^3 \dots\dots\dots (4)$$

- 式中:
- $V_3$ ——滴定总铁所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
  - $c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
  - $M$ ——铁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=55.85$ );
  - $V$ ——所取清洗液体积的数值,单位为毫升(mL)。

7.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的相对平均偏差不大于 2.0 %。

\_\_\_\_\_

中 华 人 民 共 和 国  
化 工 行 业 标 准  
清 洗 液 中 总 铁 含 量 的 测 定

HG/T 4324—2012

出版发行：化学工业出版社  
(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

化学工业出版社印刷厂  
880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 7 千字

2013 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·1385

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00 元

版权所有 违者必究