

ICS 71.060.50
G 12
备案号:34586—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4200—2011

工业氯化亚铁

Ferrous chloride for industrial use

2011-12-20 发布

2012-07-01 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：惠州市斯瑞尔环境化工有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：范国强、丁德才、王权永、陈海燕。

工业氯化亚铁

1 范围

本标准规定了工业氯化亚铁的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、贮存和运输。

本标准适用于主要作为水处理剂、电镀原料及生产其他铁系产品原料的工业氯化亚铁产品。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 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

GB/T 23947.2- 2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分:砷斑法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:FeCl₂

相对分子质量:126.8(按2007年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:固体为蓝绿色或淡黄绿色晶体;液体为绿色或黄绿色液体。

4.2 工业氯化亚铁按本标准规定的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标						
	固 体			液 体			
	水处理用	电镀用	其他工业用	水处理用	电镀用	其他工业用	
氯化亚铁(FeCl_2) $w/\%$	\geq	60	62	60	20	30	20
酸不溶物 $w/\%$	\leq	0.5	0.1	0.5	0.5	0.1	0.5
游离酸(以 HCl 计) $w/\%$	\leq	0.5	0.3	0.5	3.0 ^a	0.3	0.5
砷(As) $w/\%$	\leq	0.000 5	0.000 5	—	0.000 5	0.000 5	—
铅(Pb) $w/\%$	\leq	0.004	0.004	—	0.004	0.004	—
汞(Hg) $w/\%$	\leq	0.000 02	—	—	0.000 02	—	—
镉(Cd) $w/\%$	\leq	0.000 5	0.000 5	—	0.000 5	0.000 5	—
铬(Cr) $w/\%$	\leq	0.01	0.005	—	0.01	0.005	—
锌(Zn) $w/\%$	\leq	0.015	0.01	—	0.015	0.01	—
铁(Fe)(Ⅲ) $w/\%$	\leq	—	0.05	—	—	0.05	—
铜(Cu) $w/\%$	\leq	—	0.005	—	—	0.005	—
锰(Mn) $w/\%$	\leq	—	0.10	—	—	0.10	—

^a 考虑一些碱性废水的处理本身需要酸来中和,特殊要求的可以为不大于 5%。

5 试验方法

5.1 警告

本标准中使用的强酸、强碱均具有腐蚀性,操作时应谨慎,避免溅出;挥发性有机溶剂有害人体健康且易燃,应注意在通风橱内进行操作,并防止与明火接触。

5.2 一般规定

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 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

5.3 外观检验

取适量样品,在自然光条件下,用目视法判别。

5.4 氯化亚铁含量的测定

5.4.1 方法提要

在硫酸和磷酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2 硫磷混合酸:在 700 mL 水中缓慢加入 150 mL 硫酸、150 mL 磷酸,同时不断搅拌,混匀。

5.4.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 约为 0.05 mol/L。

5.4.2.4 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 2 g 固体试样或 4 g 液体试样,精确至 0.000 2 g。置于 50 mL 小烧杯中,加入 4 mL 盐酸溶液,加水溶解或稀释样品,并转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 硫磷混合酸、60 mL 水和

2 滴~3 滴二苯胺磺酸钠指示液,以重铬酸钾标准滴定溶液滴定至蓝紫色。

5.4.4 结果计算

氯化亚铁含量以氯化亚铁(FeCl_2)质量分数 w_1 表示,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{1\ 000 \times m \times 25/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定中消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯化亚铁(FeCl_2)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M=126.8$];

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于 0.3 %。

5.5 酸不溶物含量的测定

5.5.1 试剂和材料

盐酸溶液:1+49。

5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 电热恒温干燥箱:温度可控制为 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.5.2.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

5.5.3 分析步骤

称取约 10 g 固体试样或 20 g 液体试样,精确到 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加盐酸溶液至约 100 mL,充分搅拌。用已在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用盐酸溶液洗涤 8 次~10 次(每次约 5 mL),再用水洗涤 8 次~10 次(每次约 5 mL),将坩埚和残渣放入电热恒温干燥箱内,在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.5.4 结果计算

酸不溶物的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚连同残渣的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于 0.1 %,电镀用不大于 0.02 %。

5.6 游离酸含量的测定

5.6.1 方法提要

称取适量样品,加入一定体积的水,以甲基红作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.05\text{ mol/L}$ 。

5.6.2.2 甲基红指示剂:10 g/L。

5.6.3 分析步骤

于干燥洁净的称量瓶中称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,用 50 mL 水将样品溶解并转移到 250 mL 锥形瓶中。加入 2 滴甲基红指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色即为终点(为使终点判断更加可靠,可以用自动滴定仪滴定,以滴定曲线的突跃点为终点)。

5.6.4 结果计算

游离酸(以 HCl 计)含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{VcM}{1000 \times m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯化氢的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{HCl})=36.46$];

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于 0.1 %。

5.7 砷含量的测定

5.7.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡把 As(V)还原为 As(III),然后与锌粒和酸反应产生的新生态氢作用生成砷化氢,砷化氢气体与溴化汞试纸作用,产生棕黄色斑点,与标准色斑目视比较。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 无砷锌。

5.7.2.2 碘化钾。

5.7.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.7.2.4 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

5.7.2.5 砷标准溶液:1 mL 溶液含 0.001 mg 的 As。

将按 HG/T 3696.2 配制的砷标准溶液用水准确稀释 1 000 倍,此溶液用时现配。

5.7.2.6 溴化汞试纸。

5.7.2.7 乙酸铅棉花。

5.7.3 仪器、设备

定砷器:见 GB/T 23947.2—2009 中的装置图。

5.7.4 分析步骤

称取试样 0.50 g±0.01 g,置于定砷器的广口瓶中,加水至约 50 mL,使试料溶解。加入 4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾和 0.5 mL 氯化亚锡溶液,摇匀。放置 10 min。加 2.5 g 无砷金属锌,立即将已装好乙酸铅棉花和溴化汞纸的玻璃管塞紧于广口瓶上,于暗处放置 1 h。溴化汞试纸呈现的颜色不得深于标准呈现的颜色。

标准色斑的制备:用移液管移取 2.5 mL 砷标准溶液,置于定砷器的广口瓶中,与试料同时、同样处理。

5.8 铅含量的测定

5.8.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 283.3 nm 处以空气-乙炔火焰测定铅原子的吸光度,求出铅含量。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 盐酸(优级纯)溶液:1+1。

5.8.2.2 铅标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

将按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液用水准确稀释 10 倍,此溶液用时现配。

5.8.3 仪器、设备

5.8.3.1 原子吸收分光光度计。

5.8.3.2 铅空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 玻璃仪器的预处理

所用玻璃仪器均用硝酸溶液浸泡过夜,再用水洗涤干净。

5.8.4.2 工作曲线的绘制

用移液管分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 的铅标准溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,加盐酸溶液 8.0 mL,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铅量为 0.00 mg、0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg。在仪器最佳工作状态下,用试剂空白调零后,分别测定每个标准溶液的吸光度。以铅含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5.8.4.3 测定

称取约 3.0 g 试样,精确至 0.01 g。加水溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,加 8.0 mL 盐酸溶液,加水至刻度,摇匀。以空白调零,测其吸光度。

5.8.5 结果计算

铅(Pb)含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从工作曲线上查出的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于 0.0005%。

5.9 汞含量的测定

5.9.1 方法提要

在酸性介质中,将试样中的汞氧化成二价汞离子,用氯化亚锡将汞离子还原成汞原子,用冷原子吸收法测定汞。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 过氧化氢:优级纯。

5.9.2.2 硫酸(优级纯)溶液:1+1。

5.9.2.3 盐酸(优级纯)溶液:1+1。

5.9.2.4 硫酸-硝酸混合液:将 200 mL 硫酸(优级纯)缓慢加入 300 mL 水中,同时不断搅拌,冷却后加入 100 mL 硝酸(优级纯),混匀。

5.9.2.5 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

5.9.2.6 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.9.2.7 氯化亚锡溶液:50 g/L。

称取 5.0g 氯化亚锡,置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸溶液搅拌使其溶解,稀释至 100 mL,混匀。

5.9.2.8 汞标准溶液:1 mL 含汞(Hg)0.0001 mg。

将按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液用水逐级稀释至 10 000 倍,此溶液用时现配。

5.9.3 仪器、设备

5.9.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

5.9.3.2 汞空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,加水至 40 mL。加入 3 mL 硫酸-硝酸混合液、1 mL 高锰酸钾溶液,摇匀,静置 15 min。再滴加盐酸羟胺溶液至试液红色恰好消失,用水稀释至刻度,摇匀。

在波长 253.7 nm 处,用氯化亚锡溶液还原后的试剂空白所产生的汞蒸气为参比,测出以氯化亚锡

溶液还原后各标准试液所产生的汞蒸气的吸光度。也可采用氢化物还原的冷原子吸收法,按照仪器操作条件测定汞蒸气的吸光度。以汞含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.9.4.2 测定

称取 5.0 g 试样,精确至 0.01 g,溶解后移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。移取 10.0 mL 试验溶液置于 50 mL 烧杯中,小心加入 20 mL 水、2.0 mL 过氧化氢、2.0 mL 硝酸溶液,加热至无红棕色气体逸出时,冷却,加入 3 mL 硫酸-硝酸混合液,蒸发至溶液体积约为 10 mL,冷却至室温,将溶液完全转移至 50 mL 容量瓶中,以下按工作曲线的绘制中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作,测出还原后试样溶液所产生汞蒸气的吸光度。

5.9.5 结果计算

汞(Hg)含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从工作曲线上查出汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于 0.000 005 %。

5.10 镉含量的测定

5.10.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度,求出镉含量。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 盐酸(优级纯)溶液:1+1。

5.10.2.2 镉标准溶液:1 mL 含镉(Cd)0.01 mg。

将按 HG/T 3696.2 配制的镉标准溶液用水准确稀释至 100 倍,此溶液用时现配。

5.10.3 仪器、设备

5.10.3.1 原子吸收分光光度计。

5.10.3.2 镉空心阴极灯。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 镉标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含镉量为 0 mg、0.005 mg、0.010 mg、0.015 mg。在仪器最佳工作状态下,于 228.8 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量为横坐标,绘制工作曲线。

5.10.4.2 测定

称取 2.0 g 试样,精确至 0.01 g,溶解后转移至 50 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按工作曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度。

5.10.5 结果计算

镉(Cd)含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从工作曲线上查出镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于 0.000 05 %。

5.11 铬(Ⅲ)含量的测定

5.11.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 357.9 nm 处以空气-乙炔火焰测定铬原子的吸光度,求出铬含量。

5.11.2 试剂和材料

5.11.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.11.2.2 硫酸钠溶液:10%。

5.11.2.3 铬(Ⅲ)标准贮备液:1 mL 含铬(Cr Ⅲ)0.1 mg。

将按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液用水准确稀释至 10 倍,此溶液用时现配。

5.11.3 仪器、设备

5.11.3.1 原子吸收分光光度计。

5.11.3.2 铬空心阴极灯。

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铬标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 硫酸溶液、5.0 mL 硫酸钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为 0 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg,在仪器最佳工作状态下,于 357.9 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铬含量为横坐标,绘制工作曲线。

5.11.4.2 测定

称取 1.0 g 试样,精确至 0.001 g,溶解后转移至 50 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 硫酸溶液、5.0 mL 硫酸钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按工作曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度。

5.11.5 结果计算

铬(Cr)含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从工作曲线上查出铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于 0.001 %。

5.12 锌含量的测定

5.12.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 213.9 nm 处以空气-乙炔火焰测定锌原子的吸光度,求出锌含量。

5.12.2 试剂和材料

5.12.2.1 盐酸(优级纯)溶液:1+1。

5.12.2.2 锌标准溶液:1 mL 含锌(Zn)0.1 mg。

将按 HG/T 3696.2 配制的锌标准溶液用水准确稀释 10 倍,此溶液有效期为 1 个月。

5.12.3 仪器、设备

5.12.3.1 原子吸收分光光度计。

5.12.3.2 锌空心阴极灯。

5.12.4 分析步骤

5.12.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 锌标准溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中,加入 4.0 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含锌量为 0 mg、0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg。在仪器最佳工作状态下,于 213.9 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的锌含

量为横坐标,绘制工作曲线。

5.12.4.2 测定

称取 1.0 g 试样,精确至 0.001 g,溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,加入 4.0 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按工作曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度。

5.12.5 结果计算

锌(Zn)含量以质量分数 w_8 计,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从工作曲线上查出锌的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于 0.001 %。

5.13 铁(Ⅲ)含量测定

5.13.1 方法提要

氯化亚铁中的三价铁离子,在酸性条件下与水杨酸反应呈紫红色,与标准所呈紫红色进行限量比色确定铁含量。

5.13.2 试剂和材料

5.13.2.1 硫酸溶液:约 1 mol/L。

5.13.2.2 水杨酸溶液:饱和溶液。

5.13.2.3 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(FeⅢ)0.1 mg。

5.13.2.4 无氧水。

5.13.3 分析步骤

称取 1.0 g±0.01 g 试样,溶于 100 mL 无氧水中。取 20 mL 于比色管中,立即加入 1 mL 硫酸溶液、30 mL 无氧水及 2 mL 饱和水杨酸溶液,摇匀。所呈紫红色不得深于标准所呈紫红色。

标准是取含 0.1 mg 铁的杂质标准溶液,与同体积试样溶液同时、同样处理。

5.14 铜含量的测定

5.14.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 324.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定铜原子的吸光度,求出铜含量。

5.14.2 试剂和材料

5.14.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.14.2.2 铜标准溶液:1 mL 含铜(Cu)0.1 mg。

移取按 HG/T 3693.2 配制的铜标准贮备液,用水准确稀释 10 倍。

5.14.3 仪器、设备

5.14.3.1 原子吸收分光光度计。

5.14.3.2 铜空心阴极灯。

5.14.4 分析步骤

5.14.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 铜标准溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中,加入盐酸溶液 4.0 mL,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铜量为 0 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.20 mg。在仪器最佳工作状态下,于 324.8 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铜含量为横坐标,绘制工作曲线。

5.14.4.2 测定

称取 1.0 g 试样,精确至 0.001 g,加入 4.0 mL 盐酸溶液,溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀

释至刻度,摇匀。按工作曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度。

5.14.5 结果计算

铜(Cu)含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按公式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查出铜质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于0.0005%。

5.15 锰含量的测定

5.15.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长279.5 nm处以空气-乙炔火焰测定锰原子的吸光度,求出锰含量。

5.15.2 试剂和材料

5.15.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.15.2.2 锰标准溶液:1 mL含锰(Mn)0.1 mg。

移取按HG/T 3693.2配制的锰标准贮备液,用水准确稀释10倍。

5.15.3 仪器、设备

5.15.3.1 原子吸收分光光度计。

5.15.3.2 锰空心阴极灯。

5.15.4 分析步骤

5.15.4.1 工作曲线的绘制

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL锰标准溶液于4个100 mL容量瓶中,加入4.0 mL盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含锰量为0 mg、0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg,在仪器最佳工作状态下,于279.5 nm波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的锰含量为横坐标,绘制工作曲线。

5.15.4.2 测定

称取1.0 g试样,精确至0.001 g,加入盐酸溶液2.0 mL,加水溶解或稀释样品后转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取20 mL上述溶液,置于100 mL容量瓶中,加入4.0 mL盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按工作曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度。

5.15.5 结果计算

锰(Mn)含量以质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按公式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 20/100} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从工作曲线上查出锰的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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大于0.01%。

6 检验规则

6.1 本标准中规定的全部项目为出厂检验项目,应逐批进行检验。

6.2 用相同材料、基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一类别的工业氯化亚铁为一批。固体产品每批不超过20 t,液体产品每批不超过60 t。

6.3 按 GB/T 6678 或 GB/T 6680 中规定的采样技术确定采样单元数。固体产品采样时将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至约 250 g,立即装入两个清洁、干燥的广口瓶中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验,另一份保存备查。保存时间由企业根据需要确定;液体产品在保证液体搅动均匀后,由放料口一次取样。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 工业氯化亚铁包装上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

7.2 每批出厂的工业氯化亚铁都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 固体工业氯化亚铁产品用内衬薄膜塑料编织袋包装。固体产品包装规格为:0.5 kg、1 kg、25 kg、40 kg;液体产品采用专用槽车包装(规格为:5 t~50 t)或聚乙烯塑料桶包装(规格为:25 L、218 L、1 000 L)。

8.2 工业氯化亚铁产品在运输过程中应注意包装密封完好。

8.3 工业氯化亚铁产品贮存时应保证包装密封,应贮存在阴凉、干燥通风的场所。

中华人民共和国
化工行业标准
工业氯化亚铁

HG/T 4200—2011

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 $\frac{1}{2}$ 字数23千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1208

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：12.00元

版权所有 违者必究