

ICS 13.060.50,71.040.40

G 76

备案号:37853—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4327—2012

再生水中总铁含量的测定 分光光度法

Reclaimed water—Determination of total iron
content—Spectrophotometric method

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：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、深圳市华测检测技术股份有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司。

本标准主要起草人：李琳、胡艳华、朱平、沈烈翔、邵宏谦。

再生水中总铁含量的测定 分光光度法

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

本标准规定了以生活污水和工业废水为主的经适当处理后的再生水中总铁含量的测定方法。

本标准适用于测定铁的浓度范围为 0.01 mg/L~5 mg/L。铁浓度高于 5 mg/L 时可将样品适当稀释后再进行测定。本标准也适用于再生水中可溶性铁含量的测定。

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 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

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

铁(Ⅱ)菲啰啉络合物在一定的 pH 值条件下是稳定的,颜色的强度与铁(Ⅱ)存在量成正比。在铁浓度为 5.0 mg/L 以下时,浓度与吸光度呈线性关系。最大吸光值在 510 nm 波长处。

4 试剂和材料

4.1 本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

4.2 试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.3 盐酸。

4.4 硝酸。

4.5 硫酸。

4.6 硫酸溶液:1+3。

4.7 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

4.8 乙酸缓冲溶液:溶解 40 g 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)和 50 mL 冰乙酸($\rho=1.06 \text{ g/mL}$)于水中并稀释至 100 mL。

4.9 1,10-菲啰啉溶液:溶解 0.5 g 1,10-菲啰啉氯化物(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)于水中并稀释至 100 mL;或将 0.42 g 1,10-菲啰啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于含有两滴盐酸的 100 mL 水中。此溶液贮存在暗处,可稳定放置一周。

4.10 铁标准贮备溶液:按 GB/T 602 中的制备方法进行制备,此溶液 1 mL 含有 0.1 mg Fe(Ⅱ)。

4.11 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含有 10 μg Fe(Ⅱ)。此溶液现用现配。

5 仪器、设备

5.1 分光光度计:可在 510 nm 处测定,棱镜型或光栅型。

5.2 吸收池：光程长至少 10 mm。

5.3 氧瓶(Winkler 瓶)：容量 100 mL。

6 采样

6.1 总铁

取样后立即酸化至 pH=1,通常 1 mL 硫酸可以满足 100 mL 水样的要求。

6.2 可溶性铁

采样后立即过滤样品,将滤液酸化至 pH=1(每 100 mL 试样加 1 mL 硫酸)。

7 分析步骤

7.1 校准曲线的绘制

准确移取 0.00 mL (试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(4.12)于一系列 50 mL 比色管中,加 0.5 mL 硫酸溶液于每一个比色管中,并用水稀释至 50 mL。以下按 7.2 从“加 1.00 mL 盐酸羟胺溶液并充分混匀……”开始的步骤进行。

以铁离子浓度(mg/L)为横坐标,所测吸光度为纵坐标绘制校准曲线,并计算出回归方程。

7.2 总铁的测定

移取适量酸化后的试样(6.1)于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸和 10 mL 盐酸并将该混合物加热微沸。30 min 后加 2 mL 硫酸并蒸发该溶液至出现白色的氧化硫烟雾,避免煮干。冷至室温后转移至 50 mL 比色管中并补水至 50 mL。加 1.00 mL 盐酸羟胺溶液并充分混匀,加 2.00 mL 乙酸缓冲溶液使 pH 为 3.5~5.5,最好为 4.5。加 2 mL 1,10-菲啰啉溶液并放在暗处 15 min。用分光光度计于 510 nm 处以试剂空白为参比测定其吸光度。

7.3 可溶性铁的测定

移取适量试样(6.2)于 50 mL 比色管中,并补水至 50 mL。

以下按 7.2 从“加 1.00 mL 盐酸羟胺溶液并充分混匀……”开始的步骤进行。

8 结果计算

再生水中总铁、可溶性铁含量以质量浓度 ρ 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(1)计算:

$$\rho=\rho_0 \frac{f \times 50}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_0 ——按回归方程计算出的铁含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

f ——酸化后试样体积(mL)与所取水样体积(mL)之比;

V ——试样的体积的数值,单位为毫升(mL);

50——定容体积的数值,单位为毫升(mL)。

9 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 1 %。