

ICS 71.040.40  
G 76  
备案号:13196—2004

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

**HG/T 3532—2003**  
代替 HG/T 3532—1985

---

### 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中 硫化亚铁含量的测定

Industrial circulating cooling water—Determination of  
ferrous sulphide for sludge and corrosion products

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准是由化工行业标准 HG/T 3532—1985《工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫化亚铁含量测定方法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3532—1985。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:朱传俊、邵宏谦、李琳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——HG/T 5—1603—1985,于 1999 年转化为 HG/T 3532—1985。

# 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中 硫化亚铁含量的测定

## 1 范围

本标准规定了工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫化亚铁含量的测定方法。

本标准适用于循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫化亚铁含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603 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 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

HG/T 3530 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物试样的调查、采取和制备

## 3 方法提要

试样中硫化亚铁与非氧化性酸(盐酸或稀硫酸)反应,生成的硫化氢气体被乙酸镉和乙酸锌混合溶液吸收后产生硫化镉和硫化锌沉淀。加入过量碘标准溶液使硫化镉和硫化锌与其发生定量反应,剩余的碘以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。根据实际消耗的碘量,即可求得硫化亚铁含量。

## 4 试剂和材料

本标准所用试剂,除非另有说明,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

**安全提示:**本标准所使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 水:GB/T 6682,三级。

4.2 硝酸溶液:1+3。

4.3 盐酸溶液:1+1。

4.4 淀粉溶液:10 g/L。

4.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4)=0.003 \text{ mol/L}$ 。

4.6 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2)=0.003 \text{ mol/L}$ 。

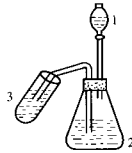
4.7 硫化氢吸收液。

称取 10 g 乙酸镉和 30 g 乙酸锌置于 250 mL 烧杯中,加入冰乙酸 40 mL~50 mL,再加入 200 mL 水溶解后移至 1 000 mL 细口瓶中,用水稀释至 1 000 mL。

## 5 仪器、设备

一般实验室仪器和

- 5.1 分液漏斗:250 mL。
- 5.2 锥形瓶:250 mL。
- 5.3 试管:100 mL 或 100 mL 比色管。
- 5.4 玻璃酒精灯。
- 5.5 测定装置:见图 1 所示。



1—分液漏斗;2—锥形瓶;3—吸收管

图 1 硫化亚铁测定装置

## 6 分析步骤

称取约 0.5 g(精确到 0.2 mg)按 HG/T 3530 的规定制备好的试样,置于 250 mL 锥形瓶中。按图将盛有试样的锥形瓶连入装置中,加入 40 mL 吸收液于吸收试管中,加入 50 mL 盐酸溶液于分液漏斗中,然后打开分液漏斗活塞,待盐酸溶液全部流入后。用酒精灯加热锥形瓶使试样溶解并让气泡在吸收试管中均匀冒出,直至煮沸驱尽硫化氢,此时试液由黄变到无色。移开盛吸收液之吸收试管(连同玻璃管)在吸收试管中准确加入碘标准溶液 15 mL,搅拌使硫化物沉淀溶解并与碘反应完全。将溶液倒入 250 mL 锥形瓶中,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色,加入 2 mL 淀粉溶液,继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液蓝色刚消失,再将部分溶液倒回吸收试管中,洗涤后将溶液倒回锥形瓶中,继续滴定至蓝色刚消失为终点。

注 1:溶液和酸中不得混入氧化性的物质。当试样中三氧化二铁较多时,将会影响测定结果,故本法必须在检修期间尽快取样测定。

注 2:试样溶解后,用洗耳球赶硫化氢数次,以保证硫化氢完全逐出,然后再卸下玻璃管。

注 3:试样测定结果应减去试剂空白含硫量。

注 4:在加入盐酸溶液时,若发现反应激烈,可暂停加入盐酸溶液,待反应缓慢后再继续加入盐酸。用酒精灯加热时,也作同样要求。总之,要求吸收试管内气泡应均匀冒出。

## 7 结果计算

污垢和腐蚀产物中硫化亚铁含量以质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V/1000)c - (V_i/1000)c_1]M}{m(1-w)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c$ ——碘标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$c_1$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ ——碘标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_i$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$w$ ——试样中水分的质量分数,数值以%表示。

$M$ ——硫化亚铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=44.00$ )。

## 8 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值当硫化亚铁的含量为 80% 左右时,两个结果的差值不大于 3%。

---