

ICS 71.040.40
G 76
备案号:37847—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3539—2012

代替 HG/T 3539—2003

工业循环冷却水中铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法

Industrial circulating cooling water—Determination of iron content—
Spectrometric method using 1,10-phenanthroline

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。

本标准代替 HG/T 3539—2003《工业循环冷却水中铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法》。

本标准与 HG/T 3539—2003 相比主要变化如下：

——将 1,10-菲罗啉分光光度法修改为 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉分光光度法，适用于低含量铁的测定。

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、广州市特种承压设备检测研究院、河南清水源科技股份有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司。

本标准主要起草人：李琳、杨麟、李真理、邵宏谦、沈烈翔、赵军明、刘娟。

本标准于 1985 年首次发布，1990 年第一次修订，1999 年转化为化工行业标准 HG/T 3539—1990，2003 年第二次修订。

工业循环冷却水中铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

警告:本标准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

本标准规定了工业循环冷却水中低含量总铁、可溶性铁和二价铁含量的测定方法。

本标准适用于含量为 $5\ \mu\text{g/L}$ ~ $50\ \mu\text{g/L}$ 的铁的测定。本标准也适用于锅炉用水及原水中低含量铁的测定。

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 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 pH3~pH4 条件下,水样中的二价铁离子与 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉生成红色的配合物,用正丁醇萃取,测定其吸光度进行定量。此配合物最大吸收波长为 533 nm。磷酸盐对本法测定无干扰。

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 中一级水的规定。
- 4.2 试验中所需杂质标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 之规定制备。
- 4.3 盐酸:优级纯。
- 4.4 硝酸:优级纯。
- 4.5 硫酸:优级纯。
- 4.6 氨水:优级纯。
- 4.7 正丁醇:优级纯。
- 4.8 乙醇(95 %)。
- 4.9 盐酸溶液:1+1。
- 4.10 盐酸溶液:1+9。
- 4.11 氨水溶液:1+1。
- 4.12 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉溶液:称取 0.417 5 g 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉 $[(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{C}_{12}\text{H}_6\text{N}_2]$ 溶于 500 mL 乙醇(95 %)中,摇匀,置于棕色瓶中,并于暗处保存。
- 4.13 盐酸羟胺溶液:100 g/L。盐酸羟胺溶液需要提纯后使用。提纯方法如下:取 100 mL 盐酸羟胺溶液,使用酸度计用氨水溶液或盐酸溶液(4.10)调节 pH 值至 3.5,转移至分液漏斗,加入 6 mL 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉溶液,混匀后,放置 1 min,然后加入正丁醇 20 mL,振荡 1 min,静置分层,移出水层,并弃去醇层,再加入 3 mL 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉溶液和 20 mL 正丁醇重复萃取,静置 20 min,弃去醇层。
- 4.14 铁标准贮备溶液(1 mL 含 $0.1\ \text{mg}\ \text{Fe}^{2+}$):称取 100.0 mg 高纯铁丝(含铁 99.99 % 以上),于 80 mL~100 mL 盐酸溶液(4.10)中,缓缓加热,待全部溶解后,煮沸数分钟,冷却至室温,移入 1L 容量

瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。或按 GB/T 602 中亚铁[Fe(Ⅱ)]标准溶液进行制备。

4.15 铁标准溶液(1 mL 含 $0.5\ \mu\text{g Fe}^{2+}$):移取 1.00 mL 铁标准贮备溶液,置于 200 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸溶液(4.10),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5 仪器、设备

5.1 分光光度计:可在 533 nm 使用,并附有 30 mm 吸收池。

5.2 分液漏斗:150 mL。

5.3 酸度计。

5.4 所用取样瓶、玻璃器皿,均需用盐酸溶液(4.9)浸泡,然后用水充分冲洗干净。

6 分析步骤

6.1 校准曲线的绘制

6.1.1 分别准确移取 0.00 mL(试剂空白)、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液(4.15)于 7 个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该系列溶液的铁含量分别为 $0\ \mu\text{g/L}$ 、 $5\ \mu\text{g/L}$ 、 $10\ \mu\text{g/L}$ 、 $20\ \mu\text{g/L}$ 、 $30\ \mu\text{g/L}$ 、 $40\ \mu\text{g/L}$ 和 $50\ \mu\text{g/L}$ 。

6.1.2 将配制好的校准溶液分别转移到 150 mL 分液漏斗中,加入 2.0 mL 盐酸羟胺溶液,摇匀,静置 5 min,再加入 3.0 mL 4,7-二苯基-1,10-菲罗啉溶液,振摇 30 s。然后一面摇动,一面滴加氨水溶液至呈显著浑浊状态,再滴加盐酸溶液(4.10)至溶液刚好透明为止。此时 pH 值为 3.5,停留 1 min。

6.1.3 加 15.00 mL 正丁醇,剧烈振摇 1 min,然后停留至少 15 min 使之完全分离,弃去水层,将醇层转移至 25 mL 的容量瓶中,用 10.00 mL 乙醇冲洗分液漏斗内表面(旋转冲洗)并收集于该容量瓶,混匀。

6.1.4 使用分光光度计,用 30 mm 吸收池,在 533 nm 波长处,以 15.00 mL 正丁醇和 10.00 mL 乙醇混合液作参比,测定其吸光度。

6.1.5 以铁含量($\mu\text{g/L}$)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,并计算出回归方程。

6.2 水样的测定

6.2.1 总铁的测定

6.2.1.1 取样

在取样瓶中加入盐酸,每 500 mL 水样加盐酸 2 mL,直接采取水样,取样后将水样摇匀。

6.2.1.2 样品处理

如果存在不溶铁、铁氧化物或铁配合物,移取 50.00 mL 试样于 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 容量瓶中并用水稀释至刻度。

6.2.1.3 测定

移取 50.00 mL 水样于 150 mL 分液漏斗中,然后按 6.1.2~6.1.4 步骤显色,萃取,测定吸光度。同时作单倍试剂和双倍试剂空白试验,双倍试剂减去单倍试剂空白值即得试剂空白值。水样吸光度值减去试剂空白值后,按回归方程计算即得水样铁含量。

6.2.2 可溶性铁的测定

6.2.2.1 取样

采样后立即过滤水样,将滤液按每 500 mL 水样加盐酸 2 mL 的比例酸化,摇匀。

6.2.2.2 测定

按 6.2.1.3 步骤进行测定。

6.2.3 二价铁的测定

6.2.3.1 取样

加 0.5 mL 盐酸于 100 mL 氧瓶中,用被测水样完全充满,避免与空气接触。

6.2.3.2 测定

不加盐酸羟胺溶液,按 6.2.1.3 步骤进行测定。

7 结果计算

水中总铁、可溶性铁、二价铁含量以质量浓度 ρ 计,数值以微克每升($\mu\text{g/L}$)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,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

f ——酸化后试样体积(mL)与所取水样体积(mL)之比;

V ——水样的体积的数值,单位为毫升(mL);

50——定容体积的数值,单位为毫升(mL)。

8 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 $1\ \mu\text{g/L}$ 。
