



中华人民共和国国家标准

GB/T 14427—2008
代替 GB/T 14427—1993

锅炉用水和冷却水分析方法 铁的测定

Analysis of water used in boiler and cooling system—Determination of iron

(ISO 6332:1988, Water quality—Determination of iron
Spectrometric method using 1,10-phenanthroline, NEQ)

2008-04-01 发布

2008-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准对应于 ISO 6332:1988《水质 铁的测定 1,10-邻菲罗啉分光光度法》(英文版),与 ISO 6332:1988的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 14427—1993《锅炉用水和冷却水分析方法 铁的测定》。

本标准与 GB/T 14427—1993 相比主要变化如下:

- 删除了“4,7-二苯基-1,10-菲罗啉光度法”;
- 增加了可溶性铁(II)的内容。

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(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、中石化水处理药剂评定中心。

本标准主要起草人:刘艳飞、金栋、邵宏谦。

本标准于 1993 年首次发布。

锅炉用水和冷却水分析方法 铁的测定

1 范围

本标准规定了锅炉用水、冷却水、原水及工业废水中总铁、总可溶性铁和可溶性铁(Ⅱ)的测定方法。

本标准适用于测定铁的质量浓度范围为 0.01 mg/L~5 mg/L。铁质量浓度高于 5 mg/L 时可将样品适当稀释后再进行测定。

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

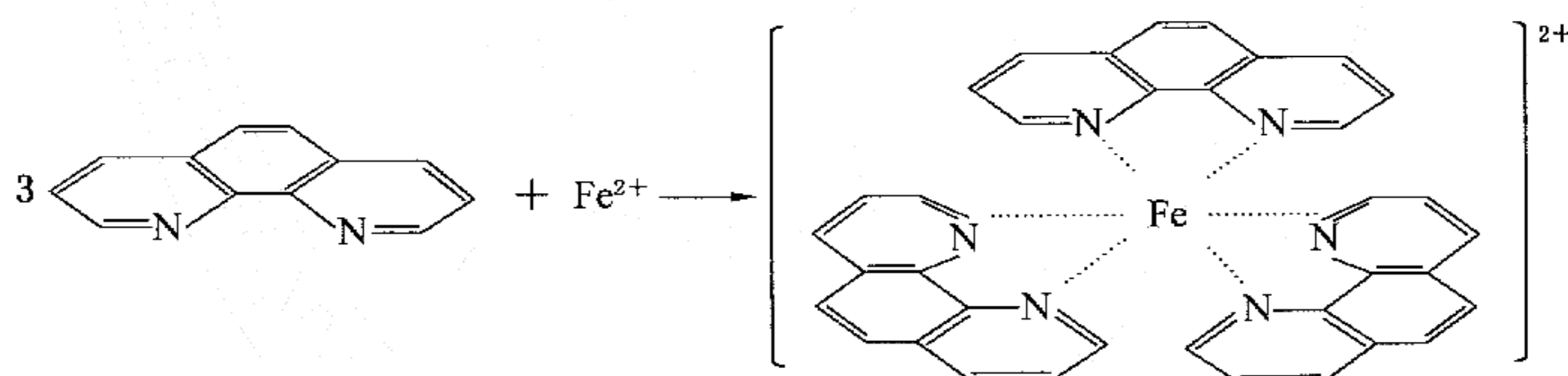
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 原理

铁(Ⅱ)菲罗啉络合物在 pH 为 2.5~9 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。

反应式为:



4 试剂和材料

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

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。

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 硫酸。

4.3 硝酸。

4.4 盐酸。

4.5 硫酸溶液:1+3。

4.6 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。

4.7 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

4.8 1,10-菲罗啉溶液:5 g/L。

溶解 0.5 g 1,10-菲罗啉氯化物(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-菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于含有 2 滴盐酸的 100 mL 水中。

此溶液储存在暗处,可稳定放置一周。

4.9 过硫酸钾溶液:40 g/L。

溶解 4 g 过硫酸钾($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$)于水中并稀释至 100 mL,室温下储存于棕色瓶中。此溶液可稳定放置几个星期。

4.10 铁标准贮备溶液:100 mg/L。

称 50.0 mg 铁丝(纯度 99.99%),精确至 0.1 mg。置于 100 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水、5 mL 盐酸,缓慢加热使之溶解,冷却后定量转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

此溶液贮存于耐蚀玻璃或塑料瓶中,可稳定放置至少一个月。

4.11 铁标准溶液 I :20 mg/L。

移取 100 mL 铁标准贮备溶液于 500 mL 容量瓶中并稀释至刻度。

使用当天制备该溶液。

4.12 铁标准溶液 II :0.2 mg/L。

移取 5 mL 铁标准溶液 I 于 500 mL 容量瓶中并稀释至刻度。

使用当天制备该溶液。

5 仪器

一般实验室用仪器和下列仪器。

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 采样步骤

6.1 总铁

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

6.2 总可溶性铁

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

6.3 可溶性铁(II)

加 1 mL 硫酸于一个氧瓶中,用水样完全充满,避免与空气接触。

7 分析步骤

7.1 总铁

7.1.1 直接测定

取 50.0 mL 酸化后的水样(6.1)作为试样。

如果存在不溶铁、铁氧化物或铁络合物,则将试样转移至 100 mL 锥形瓶中并按 7.1.2 进行预处理。

7.1.1.1 氧化

加 5 mL 过硫酸钾溶液,煮沸约 40 min,剩余体积不低于 20 mL。冷却后转移至 50 mL 比色管中,并补水至 50 mL。

7.1.1.2 还原成铁(Ⅱ)

加 1.00 mL 盐酸羟胺并充分混匀,加 2.00 mL 乙酸缓冲溶液使 pH 值为 3.5~5.5,最好为 4.5。

7.1.1.3 显色

加 2 mL 1,10-菲罗啉溶液并放在暗处 15 min。

7.1.1.4 光度测量

用分光光度计于 510 nm 处以空白溶液为参比测定 7.1.1.3 溶液的吸光度。

7.1.2 分解后的总铁

移取 50.0 mL 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煮沸。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。

以下按 7.1.1.2~7.1.1.4 步骤进行。

7.2 总可溶性铁的测定

移取 50 mL 试样(6.2)于 50 mL 比色管中。

以下按 7.1.1.2~7.1.1.4 步骤进行。

7.3 可溶性铁(Ⅱ)的测定

移取 50 mL 试样(6.3)于 50 mL 比色管中。

除不加盐酸羟胺外,按 7.1.1.2~7.1.1.4 步骤进行。

7.4 空白试验

用 50 mL 水代替试样,按与测定试样相同的步骤测其吸光度。

7.5 校准曲线的绘制

7.5.1 参比溶液的制备

准确移取一定体积的铁标准溶液(4.11 和 4.12)于一系列 50 mL 比色管中,制备一系列质量浓度范围的含铁参比溶液,参比溶液的质量浓度范围应与待测试液含铁质量浓度相适应。加 0.5 mL 硫酸溶液(4.5)于每一个比色管中,并用水稀释至 50 mL。

按照每一种已确定形式的铁的相应步骤(见 7.1~7.3),用与处理试样相同的方法对参比溶液进行处理。

7.5.2 绘制校准曲线

以铁离子质量浓度(mg/L)为横坐标,所测吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

7.5.3 校准周期

定期进行校准,对每批新的试剂要重新做校准曲线。

8 结果计算

8.1 计算

铁含量以质量浓度 ρ 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho = f(A_1 - A_0) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

f ——校正曲线的斜率;

A_1 ——试样的吸光度;

GB/T 14427—2008

A_c ——空白试样的吸光度。

8.2 结果的报告

报告结果时应指明所测铁的形式：

- a) 铁质量浓度为 0.010 mg/L~0.100 mg/L 时,结果应精确到 0.001 mg/L;
 - b) 铁质量浓度为 0.100 mg/L~10 mg/L 时,结果应精确到 0.01 mg/L;
 - c) 铁质量浓度大于 10 mg/L 时,结果应精确到 0.1 mg/L。
-



GB/T 14427—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31649

定价: 10.00 元