



职业技能鉴定培训教程

高级、技师、高级技师

化工清洗工

刘 炆 主编

依据 **国家职业标准** 编写

面向 **国家职业资格** 培训



化学工业出版社

中国石化集团北京燕山石化公司

职业技能鉴定



化工清洗工

职业技能鉴定

中国石化集团北京燕山石化公司

职业技能鉴定教材编写组

职业技能鉴定教材编写组

职业技能鉴定培训教程

高级、技师、高级技师

化工清洗工

刘 炆 主编

中国标准出版社 (CIP) 数据
《化工清洗工》(高级、技师、高级技师) 刘炆主编
化学工业出版社, 2007
ISBN 958-7-182-007-0-7
I. 化... II. 刘... III. 化工清洗工
中国标准出版社 (CIP) 数据 (2007) 第 12804 号

刘 炆, 高级工程师
刘 炆, 高级工程师

责任编辑: 李 林
责任编辑: 李 林

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区黄柏大街13号) 邮政编码: 100011
印 刷: 化学工业出版社印刷厂
印 张: 12.5 印 数: 2100 册
定 价: 28.00 元

邮 政 发 行 所: 北京邮政局 (北京 100026) 电话: 010-64015330
网 址: <http://www.cip.com.cn>



化学工业出版社

·北京·

本书是从事化学清洗操作工人的职业技能鉴定培训教程，详细介绍了化工清洗工应知应会的知识。全书分两部分，化学清洗分析检测部分介绍了常见污垢和腐蚀产物的分析、原材料分析及化学清洗现场分析；化学清洗操作部分介绍了工业清洗中常见设备、装置的结构及清洗技术，清洗设备选型、现场操作和控制技术，化学清洗废液的分析 and 处理方法，常用清洗设备的安装、拆卸方法，清洗设备常见问题的维修处理方法。

本书可作为从事化学清洗工作的高级工、技师、高级技师培训教程，也可作为相关专业技术工人的参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

化工清洗工 (高级、技师、高级技师)/刘炆主编. —北京: 化学工业出版社, 2007. 7

ISBN 978-7-122-00740-7

I. 化… II. 刘… III. 化工设备-清洗 IV. TQ05

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 096684 号

责任编辑: 卢小林

文字编辑: 林媛

责任校对: 李林

装帧设计: 于兵

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)

印装: 化学工业出版社印刷厂

720mm×1000mm 1/16 印张 12 字数 218 千字 2007 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 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: 22.00 元

版权所有 违者必究

前言

为了满足从事化学清洗工作的技术工人的职业发展需要，不断提高技术工人的专业水平，增强技术工人在新形势下的专业素质和竞争能力，化学工业出版社委托蓝星清洗（北京）有限公司组织编写了《职业技能鉴定培训教程 化工清洗工（初级、中级）》和《职业技能鉴定培训教程 化工清洗工（高级、技师、高级技师）》，旨在为从业人员提供一套全面学习基础知识和技能、增强职业素质和就业能力的培训教程，使他们能够成为我国化学清洗行业发展所需要的技能型人才。

本书是从事化学清洗操作工人的基础培训教材，从化学清洗操作技术工人的角度入手，力求体现出基础性、实用性、技能性和通用性的特点。全书共分两部分，化学清洗分析检测部分详细介绍了常见污垢和腐蚀产物的分析、原材料分析及化学清洗现场分析；化学清洗操作部分介绍了工业清洗中常见设备、装置的结构及清洗技术，清洗设备选型、现场操作和控制技术，化学清洗废液的分析 and 处理方法，常用清洗设备的安装、拆卸方法，以及清洗设备常见问题的维修处理方法。

使用《职业技能鉴定培训教程 化工清洗工（初级、中级）》时，标注*的部分为中级工要求的内容；使用《职业技能鉴定培训教程 化工清洗工（高级、技师、高级技师）》时，标注*的部分为技师要求的内容，标注**的部分为高级技师要求的内容。

本书由蓝星清洗（北京）有限公司刘焯担任主编，书中化学清洗操作部分由康波、王忠太、赵智科、娄隄筑、马晓煜编写，化学清洗分析检测部分由王桂珍编写。

在本书的编写过程中，刘文山、鲁学英、邵瑜、周天平、高波、马文超、杨灵、景尚暄、徐生军、李颀钧、陆民胜以及北京化工学校的袁颀参与了资料收集、校稿、修改、打印工作，在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，书中不足之处在所难免，敬请广大读者批评指正。

编者

2007年5月于北京

目录

第1部分 化学清洗分析检测

第1章 污垢、腐蚀产物的分析	2
1.1 样品的预处理	2
1.2 污垢、腐蚀产物的定量分析	2
1.2.1 550℃灼烧减量的测定	2
1.2.2 950℃灼烧减量的测定	3
1.2.3 二氧化硅(酸不溶物)含量的测定	3
1.2.4 氧化钙和氧化镁含量的测定	4
1.2.5 三氧化二铁含量的测定	5
1.2.6 三氧化二铝含量的测定	6
1.2.7 氧化铜含量的测定	7
1.2.8 硫酸盐含量的测定	8
1.2.9 五氧化二磷含量的测定	8
第2章 原材料分析	10
2.1 有机酸含量分析	10
2.1.1 工业氨基磺酸含量的测定	10
2.1.2 柠檬酸含量的测定	11
2.1.3 乙二胺四乙酸二钠含量的测定	12
2.2 常用盐含量测定	13
2.2.1 工业亚硝酸钠含量的测定	13
2.2.2 工业硅酸钠含量的测定	14
2.2.3 磷酸三钠含量的测定	17
2.3 添加剂分析	18
2.3.1 表面活性剂乳化性能的测定	18
2.3.2 乙二胺四乙酸二钠络合力的测定	20
第3章 化学清洗现场分析	22
3.1 酸洗液的分析	22
3.1.1 柠檬酸浓度的测定	22
3.1.2 氢氟酸浓度的测定	24

3.1.3	柠檬酸溶液中铁离子浓度的测定	24
3.1.4	氢氟酸溶液中铁离子浓度的测定	25
3.1.5	酸洗液中铜离子浓度的测定	26
3.1.6	酸洗液中钙离子浓度的测定	26
3.2	碱洗液的分析	27
3.2.1	油含量的测定	27
3.2.2	沉积物的测定	28
3.2.3	浊度的测定	28
3.2.4	氨浓度的测定	29
3.3	钝化液的分析	29
3.3.1	pH 值的测定	29
3.3.2	亚硝酸钠浓度的测定	30
3.3.3	联氨浓度的测定	31
3.4	化学清洗废液的分析	31
3.4.1	pH 值的测定	31
3.4.2	悬浮物的测定	34
3.4.3	氨氮的测定	35
3.4.4	化学耗氧量的测定	38
3.4.5	生化耗氧量 (BOD ₅) 的测定	41
3.4.6	氟离子浓度的测定	46
3.5	清洗效果的评定	47
3.5.1	腐蚀速率的测定	47
3.5.2	除垢率的测定	47
3.5.3	洗净率的测定	47
3.5.4	油含量的测定	48
3.5.5	钝化膜质量的测定	50
第 4 章	标准滴定溶液的配制与标定	51
4.1	氢氧化钠标准滴定溶液的配制与标定	51
4.2	硫酸标准溶液的配制与标定	52
4.3	盐酸标准溶液的配制与标定	52
4.4	0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液的配制与标定	52

4.5	0.1mol/L 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	53
4.6	0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	54
4.7	0.1mol/L 碘标准溶液的配制与标定	55
4.8	0.1mol/L 亚硝酸钠标准溶液的配制与标定	56

第 2 部分 化学清洗操作

第 5 章	清洗施工前准备	57
5.1	收集工程信息	57
5.1.1	设备特殊材质的识别	57
5.1.2	现场安全隐患的检查	58
* 5.1.3	绘制带控制点的工艺流程图	59
5.2	原材料的准备	67
5.2.1	化学危险品的分类和储存	67
5.2.2	易燃、易爆原材料	69
* 5.2.3	有毒、腐蚀性原材料	71
5.3	施工工艺、施工设备及工具的准备	74
5.3.1	选择施工工艺、施工设备及工具	75
* 5.3.2	大型工程施工设备及工具的准备	76
* 5.3.3	施工工艺、施工设备及工具的改进	76
** 5.3.4	国内外先进的施工工艺、施工设备及工具介绍	77
** 5.3.5	非标准设备的设计	83
第 6 章	清洗现场操作	86
6.1	清洗剂的配制	86
6.1.1	酸碱平衡知识	86
6.1.2	清洗剂 pH 值的调整方法	86
6.2	现场操作	88
6.2.1	中型成套设备的多路循环清洗技术	89
6.2.2	喷淋清洗技术	90
6.2.3	《锅炉化学清洗规则》简介	91
6.2.4	排空、导淋、水冲洗程序的操作原则及注意事项	96
6.2.5	各类验收标准	98

6.2.6	交工文件的填写	98
* 6.2.7	长输管线清洗	98
* 6.2.8	清洗系统的划分依据及计算方法 (一)	102
* * 6.2.9	清洗系统的划分依据及计算方法 (二)	105
* * 6.2.10	大型泵站的设计	106
* * 6.2.11	喷淋清洗喷头的设计	107
* * 6.2.12	《火力发电厂锅炉化学清洗导则》简介	109
6.3	异常问题的处理	119
6.3.1	现场数据分析及清洗参数的调整	119
* 6.3.2	现场出现的异常情况及应急措施	121
* * 6.3.3	清洗过程中各工序效果不好的处理	121
6.4	废液处理	123
6.4.1	清洗废液中化学耗氧量、亚硝酸盐和联氨的排放标准	123
6.4.2	清洗废液中化学耗氧量、亚硝酸盐和联氨的处理方法	123
第7章 清洗设备操作		126
7.1	设备安装	126
7.1.1	清洗泵扬程、流量的选择	126
* 7.1.2	非标设备、工具的加工知识	128
* 7.1.3	特殊设备、物理清洗设备的安装规则	130
* 7.1.4	安装操作规程的编写要点及注意事项 (一)	131
* * 7.1.5	安装操作规程的编写要点及注意事项 (二)	131
7.2	现场操作	132
7.2.1	各类密封垫的制作方法	132
7.2.2	安装泵站注意事项	132
7.2.3	清洗泵进口设计及操作要点	133
7.2.4	正反向切换操作要点	135
7.2.5	中型物理清洗设备的安装、操作	135
* 7.2.6	大型泵站启停注意事项	137
* 7.2.7	全自动清洗泵站介绍	139
* 7.2.8	大型喷淋清洗设备的操作方法	142
* 7.2.9	大型物理清洗设备的操作方法	143

* 7.2.10	大型真空泵、压缩机的使用方法	147
** 7.2.11	清洗设备操作规程及要点	148
** 7.2.12	非常环境下操作设备的注意事项	148
7.3	异常问题的处理	149
7.3.1	水泵及止回阀的故障排除	150
7.3.2	水泵、电动机的结构及维修	151
* 7.3.3	电动机维修	157
* 7.3.4	设备解体	159
* 7.3.5	机械制图知识	161
** 7.3.6	设备隐患的判断技巧	170
附录		172
附表 1	常用酸、碱试剂的浓度和密度	172
附表 2	石灰乳的密度和含量	180
附表 3	市售的几种酸的近似密度和浓度	180
附表 4	常用国产定量滤纸的灰分质量	181
附表 5	国产定量滤纸的类型	181
附表 6	常用指示剂的变色范围	181
参考文献		182

第 1 部分 化学清洗

分析检测

本部分内容介绍了污垢、腐蚀产物、酸洗液、化工原材料的定量分析检测的方法，在执行本方法时应遵守下列规定。

(1) 方法中所列试剂，除特殊规定外，均指符合国家标准 (GB) 或专业标准 (部颁标准) 的分析纯试剂，做标准者应采用标准试剂。

(2) 方法中所用的水，除另有规定外，均指三级蒸馏水或同等级纯度水。

(3) 方法中所用的溶液，除另有说明外，均指水溶液。

(4) 由固体试剂配制的非标准溶液均以质量分数 (%) 表示，即称取一定量的固体试剂溶于溶剂中，并以同一溶剂稀释至 100mL 混匀而成。

(5) 由液体配制的水溶液，均以浓溶液的体积加水的体积表示，如 1+3 硫酸溶液指 1 体积浓硫酸加 3 体积的水混合配制而成。

(6) 由液体试剂为溶质配制质量分数表示的溶液时，按下式计算：

$$m_1 n_1 = m_2 n_2$$

式中， m_1 为液体试剂的质量，kg； n_1 为液体试剂质量分数，%； m_2 为所配稀溶液的质量，kg； n_2 为所配稀溶液质量分数，%。

(7) 配制指示剂溶液采用质量浓度 (m/V)，即每升溶剂中所含溶质的质量 (g)。

(8) 方法中所记载的“灼烧或烘干至恒重”均指灼烧或烘干，并于干燥器中冷却至室温后称重，重复进行至最后两次称量之差不大于 0.0003g，即为恒重，取最后一次质量作为计算依据。

(9) 方法中所记载的“干过滤”系指用干滤纸、干漏斗将溶液过滤，滤液收集于干燥容器中，干过滤均应弃去初滤液。

(10) 当方法中所表示的数量前标有“约”时，系指方法中所记载的量为近似值或用简易的计量器具所量取的量。

(11) 方法中有称准至 $\times\times$ 时，系指准确到方法中所要求的精度。

1.1 样品的预处理

如果试样大于 10g, 按四分法缩分至 2g, 移入瓷蒸发皿中, 于 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥 2~8h (时间长短根据试样的含水量而定)。试样稍冷后, 于研钵中磨细到 50~100 目, 然后于 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重, 备用。

1.2 污垢、腐蚀产物的定量分析

1.2.1 550℃灼烧减量的测定

550℃灼烧减量表示垢样有机物 (如油、菌藻类等) 的含量。

(1) 仪器

- ① 高温炉, 1000°C 。
- ② 高温炉温度控制器, $1 \sim 1000^\circ\text{C}$ 。
- ③ 分析天平, 感量 0.0001g。
- ④ 干燥器。
- ⑤ 坩埚夹, 长约 40cm。
- ⑥ 瓷坩埚, 30mL。

(2) 测定步骤。在预先经 $(950 \pm 10)^\circ\text{C}$ (高温炉) 恒重的瓷坩埚中, 准确称取 (采集的样品研磨后在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干 2~8h, 放于干燥器中) 0.5g 左右 (W) 试样, 将坩埚放于 $(550 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下灼烧 1h, 取出, 放于干燥器中约 40min, 称重, 直至恒重。

(3) 计算。550℃灼烧减量 X(%) 为

$$X = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100\%$$

式中 W_1 ——灼烧前坩埚和样品的质量, g;

W_2 ——灼烧后坩埚和样品的质量, g;

W——样品的质量, g。



允许差：平均测定两结果差不大于 0.5%。

结果表示：取平行测定两结果的算术平均值作为污垢的灼烧减量。

1.2.2 950℃灼烧减量的测定

550~950℃灼烧减量前后的质量差表示碳酸盐的含量。

(1) 测定步骤。将于 550℃测定灼烧减量后的试样，放入 (950±10)℃的高温炉中，灼烧 1h，稍冷取出，放于干燥器中冷却 40min 左右后称重 W_3 。

(2) 计算。950℃灼烧减量 $X(\%)$ 为

$$X = \frac{W_2 - W_3}{W} \times 100\%$$

式中 W_2 ——550℃灼烧后坩埚和样品的质量，g；

W_3 ——950℃灼烧后坩埚和样品的质量，g；

W ——样品的质量，g。

允许差：平均测定两结果差不大于 0.5%。

结果表示：取平行测定两结果的算术平均值作为污垢的灼烧减量。

1.2.3 二氧化硅（酸不溶物）含量的测定

(1) 试剂

① 盐酸，相对密度 1.19。

② 高氯酸，相对密度 1.42。

(2) 测定步骤。将 950℃灼烧后的样品小心转移到 150mL 的烧杯中，加少许水，慢慢加入 20mL 的浓盐酸，缓慢加热溶解后，加入 20mL 浓高氯酸，加热至冒浓厚白烟，这时，盖上表面皿，再继续加热 15~20min，冷却后，加热水溶解，用中密定量滤纸过滤，溶液收集于 250mL 容量瓶中，稀释至刻度，待用（此溶液用来测定 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Cu^{2+} 、磷酸盐、硫酸盐等）。将烧杯壁附着的沉淀全部转移到滤纸上，用热水洗涤到滤液中不含氯离子为止（用硝酸银检验）。

将滤纸和沉淀烘干或自然干燥，放入已恒重的瓷坩埚中，小心灰化后放入 950℃高温炉中灼烧 30min，稍冷取出放入干燥器中冷却约 40min 后称重 W_4 。

(3) 计算。二氧化硅（酸不溶物）的含量 $X(\%)$ 为

$$X = \frac{W_4 - W_0}{W} \times 100\%$$

式中 W_4 ——沉淀物和坩埚质量，g；

W_0 ——坩埚质量，g；

W——样品质量，g。

允许差：平行测定两结果差不大于0.5%。

结果表示：取平行测定两结果的算术平均值作为污垢样品酸不溶物的含量。

1.2.4 氧化钙和氧化镁含量的测定

(1) 试剂

① 氢氧化钾，20%水溶液。

② 三乙醇胺 (1+1)。

③ 氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液 (pH=10)。称取 67.5g 氯化铵溶于 200mL 水中，加入 570mL 浓氨水，用水稀释至 1000mL。

④ 钙黄绿素-酚酞混合指示剂。准确称取钙黄绿素 0.2g 和酚酞 0.07g，置于研钵中，加 20g 氯化钾研细磨匀，储存于磨口瓶中。

⑤ 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 指示剂 (称为 KB 指示剂)。准确称取 0.1g 酸性铬蓝 K 和 0.25g 萘酚绿 B 加 5g 干燥过的硝酸钾在研钵中研细磨匀，置于干燥器中保存。

⑥ EDTA 标准滴定溶液 0.01mol/L (见标准滴定溶液的配制)。

(2) 测定步骤

① 氧化钙的测定。吸取分离酸不溶物后的滤液 10~20mL(V) 置于 250mL 锥形瓶中，加水稀释至 100mL 左右，加入 5mL 三乙醇胺 (1+1)，15mL 氢氧化钾 (20%) (若有高氯酸钾沉淀析出，对测定无影响) 混匀后，加入少许钙黄绿素-酚酞 (约 30mg) 指示剂在黑色背景下，用 EDTA 标准滴定溶液滴至荧光绿消失，溶液突变为红色为终点，记下消耗 0.01mol/L EDTA 标准滴定溶液体积 V_1 (mL)。

② 氧化镁的测定。吸取分离酸不溶物后的滤液 10~20mL 置于 250mL 锥形瓶中，加水稀释至 100mL 左右，加入 5mL 三乙醇胺 (1+1)，20mL pH=10 缓冲溶液，再加入 KB 指示剂少许，用 0.01mol/L EDTA 标准滴定溶液滴定由红色转变为纯蓝色为终点，记下消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积 V_2 (mL)。

③ 计算

$$X(\text{CaO}) = \frac{c(\text{EDTA}) \times V_1 \times 56.08 \times 10^{-3} \times 250}{VW} \times 100\%$$

式中 $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V ——吸取滤液的体积，mL；

V_1 ——消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；

W ——样品的质量，g；

56.08——氧化钙的摩尔质量, g/mol。

$$X(\text{MgO}) = \frac{c(\text{EDTA})(V_2 - V_1) \times 40.30 \times 10^{-3} \times 250}{VW} \times 100\%$$

式中 $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——吸取滤液的体积, mL;

V_1 ——滴定氧化钙时消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定氧化镁时消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL;

W ——样品的质量, g;

40.30——氧化镁的摩尔质量, g/mol。

允许差: 平行测定两结果差不大于 0.5%。

结果表示: 取平行测定两结果的算术平均值作为污垢样品氧化钙、氧化镁的含量。

1.2.5 三氧化二铁含量的测定

(1) 试剂

① 氢氧化铵 (1+1)。

② 盐酸 (1+1)。

③ 磺基水杨酸指示剂。称取 10g 磺基水杨酸溶于 100mL 水中。

④ EDTA 标准溶液 0.01mol/L (见标准溶液的配制)。

(2) 测定步骤。吸取分离酸不溶物后的滤液 10~20mL(V) 置于 250mL 锥形瓶中, 加水稀释至 100mL 左右, 加 1 滴磺基水杨酸指示剂, 加入氢氧化铵 (1+1) 至溶液突变为黄色或棕色, 立即用盐酸 (1+1) 调至溶液呈红色, 再加入 6~7 滴, 这时用玻璃棒蘸少许溶液在精密 pH 试纸上检查 pH 值在 1.8~2.0, 若 $\text{pH} > 2$, 则再用盐酸 (1+1) 调至 pH 值为 1.8~2.0。将溶液加热至 70℃ 后, 补加 9 滴磺基水杨酸指示剂, 趁热用 0.01mol/L EDTA 标准滴定溶液滴定至亮黄色为终点, 记下消耗 EDTA 标准溶液的体积 V_1 (mL)。

(3) 计算

$$X(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{c(\text{EDTA})V_1 \times 79.84 \times 10^{-3} \times 250}{VW} \times 100\%$$

式中 $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——吸取滤液的体积, mL;

V_1 ——滴定三氧化二铁时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

W ——样品的质量, g;

79.84—— Fe_2O_3 的摩尔质量 $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{Fe}_2\text{O}_3\right) \right]$, g/mol。

允许差：平行测定两结果差不大于 0.2%。

结果表示：取平行测定两结果的算术平均值，作为污垢样品三氧化二铁的
含量。

1.2.6 三氧化二铝含量的测定

(1) 试剂

① 溴酚蓝指示剂，即 1g 溴酚蓝溶于 100mL 20% 的乙醇中。

② 氢氧化铵 (1+1)。

③ 盐酸 (1+1)。

④ 醋酸-醋酸钠缓冲溶液 (pH=3)。将 3.2g 无水醋酸钠溶于水，加 120mL 冰醋酸，然后加水稀释至 1L，摇匀，用 pH 计或精密 pH 试纸检验。

⑤ PAN[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚] 指示剂。将 0.2g PAN 溶于 100mL 无水酒精中。

⑥ 0.01mol/L 硫酸铜标准溶液。称 3.7g 硫酸铜于 250mL 烧杯中，加蒸馏水溶解后，再加 4~5 滴硫酸 (1+1)，用水稀释至 1L。

⑦ 醋酸-醋酸钠缓冲溶液 (pH=4.2)。将 33.7g 无水醋酸钠溶于水，再加冰醋酸 80mL，然后加水稀释至 1L，摇匀 (用 pH 计或精密 pH 试纸检验)。

⑧ EDTA 标准滴定溶液 0.01mol/L (见标准滴定溶液的配制)。

⑨ EDTA 标准滴定溶液和硫酸铜标准滴定溶液体积比的测定。从滴定管放出 15mL 0.01mol/L EDTA 标准溶液 (V_1) 于 250mL 锥形瓶中，加水稀释至 150mL，加 15mL 醋酸-醋酸钠 (pH=4.20) 缓冲溶液，然后加热至沸，取下稍冷，加 7~8 滴 PAN 指示剂，以硫酸铜标准溶液滴定至亮紫红色不变为终点 (V_2)。

EDTA 标准溶液与硫酸铜标准溶液的体积比 (K) 按下式计算：

$$K = V_1 / V_2$$

式中 V_1 ——EDTA 标准溶液的体积，mL；

V_2 ——消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积，mL。

⑩ EDTA-CuSO₄ 溶液。按 0.01mol/L EDTA 标准滴定溶液和 0.01mol/L 硫酸铜标准滴定溶液的体积比，准确配制等摩尔浓度的混合溶液。

(2) 测定步骤。吸取分离酸不溶物后的滤液 10~20mL (V) 置于 250mL 锥形瓶中，加水稀释至 100mL 左右，加 1~2 滴溴酚蓝指示剂，用氢氧化铵 (1+1) 滴至溶液出现青紫色，再滴加盐酸 (1+1) 刚变至黄色，加入 15mL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液 (pH=3)，加热至沸并保持 1min，然后加入 10 滴 EDTA-CuSO₄ 溶液及 2~3 滴 PAN 指示剂，这时溶液呈紫红色，立即用 0.01mol/L EDTA 标准滴

定溶液滴定至黄色为止，在不断摇动的情况下，溶液又返回紫红色，可继续滴定，一直滴定至黄色稳定为止，然后将溶液再在电炉上煮沸，若溶液返回紫色，再用 EDTA 标准滴定溶液滴定至稳定不变的黄色，如此反复进行滴定至黄色不返回紫色为终点，记下 EDTA 标准滴定溶液消耗的体积 (V_1)。

(3) 计算

$$X(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{c(\text{EDTA})V_1 \times 50.98 \times 10^{-3} \times 250}{VW} \times 100\%$$

式中 $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V ——吸取滤液的体积，mL；

V_1 ——滴定三氧化二铝时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

W ——样品的质量，g；

50.98—— Al_2O_3 的摩尔质量 $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{Al}_2\text{O}_3\right) \right]$ ，g/mol。

允许差：平行测定两结果差不大于 0.20%。

结果表示：取平行测定两结果的算术平均值，作为污垢样品三氧化二铝的含量。

1.2.7 氧化铜含量的测定

(1) 试剂

① 氯化铵，分析纯固体。

② 紫脲酸铵指示剂。

③ EDTA 标准滴定溶液 0.01mol/L (见标准滴定溶液的配制)。

④ 氢氧化铵 (1+1)。

⑤ 盐酸 (1+4)。

(2) 测定步骤。吸取分离酸不溶物后的滤液 10~20mL(V) 置于 250mL 锥形瓶中，加水稀释至 100mL 左右加入 0.5g 氯化铵，用氢氧化铵 (1+1) 或用盐酸 (1+4) 调节 pH 值为 7~8，加入紫脲酸铵指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定至玫瑰紫色为终点，记下消耗标准滴定溶液的体积 V_1 。

(3) 计算

$$X(\text{CuO}) = \frac{c(\text{EDTA})V_1 \times 79.54 \times 10^{-3} \times 250}{VW} \times 100\%$$

式中 $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V ——吸取滤液的体积，mL；

V_1 ——滴定氧化铜时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

W ——样品的质量，g；