



中华人民共和国电力行业标准

DL / T 1151.5 — 2012
代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 5 部分: 三氧化二铁的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 5: determination of iron oxide

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言31

1 范围32

2 规范性引用文件32

3 方法概要32

4 干扰32

5 试剂32

6 分析步骤33

7 结果的表述33

8 测定结果的允许差33

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

第 1 部分：通则

第 2 部分：试样的采集与处理

第 3 部分：水分的测定

第 4 部分：灼烧减（增）量的测定

第 5 部分：三氧化二铁的测定

第 6 部分：三氧化二铝的测定

第 7 部分：铜的测定——分光光度法

第 8 部分：铜的测定——碘量法

第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定

第 10 部分：二氧化硅的测定

第 11 部分：氧化锌的测定

第 12 部分：磷酸酐的测定

第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法

第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法

第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备

第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定

第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定

第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定

第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定

第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定

第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法

第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 5 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了“4 干扰”；

——修订了磷酸根干扰测定时的含量；

——修订了标定 EDTA 溶液对铁滴定度的方法；

——修订了分析步骤中有关 pH 值调节的要求；

——对试剂、水、储备液、标准溶液进行了规范。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：河南电力试验研究院。

本部分主要起草人：刘新霞、谢慧、赵瑞菊、李长鸣、吴文龙、王锋涛、常亮。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

第 5 部分：三氧化二铁的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中三氧化二铁的测定方法。

本部分适用于测定火力发电厂垢和腐蚀产物中三氧化二铁的含量。

2 规范性引用文件

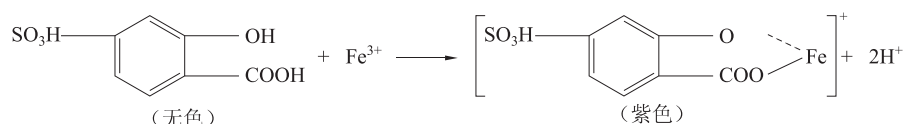
下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第1部分:通则

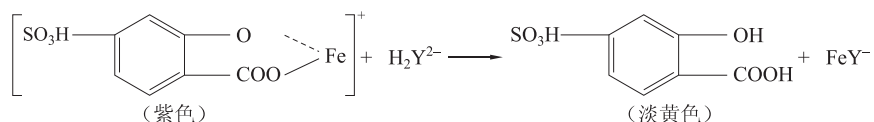
DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第2部分：试样的采集与处理

3 方法概要

试样中的铁经过溶解处理后，以铁（Ⅲ）的形式存在于溶液中。在 pH 值为 1~3 的酸性溶液中，铁（Ⅲ）与磺基水杨酸形成紫色络合物，反应式如下：



磺基水杨酸与铁形成的络合物没有 EDTA 与铁形成的络合物稳定,因而在用 EDTA 标准溶液滴定时,磺基水杨酸—铁络合物中的铁被 EDTA 逐步置换出来。滴定到终点时磺基水杨酸被全部游离出来,使溶液的紫色变为淡黄色(铁含量低时呈无色)。



4 干扰

铝、锌、钙、镁等离子均不干扰测定。但是，在滴定溶液中，铜含量大于 0.08mg、镍含量大于 0.03mg 时，干扰测定，使测定结果偏高；滴定溶液中磷酸根含量大于 3.3mg 时，干扰测定。对于铜、镍的干扰，可用加邻啡罗林方法消除；对磷酸根干扰，可采用少取试样的方法消除。

5 试剂

5.1 试剂和水：符合 DL/T 1151.1 的要求。

5.2 铁标准溶液 (1mL 含 1mg Fe_2O_3): 准确称取优级纯还原铁粉或纯度在 99.99% 以上的纯铁丝 0.699 4g, 也可称取已在 800℃ 灼烧恒重的优级纯三氧化二铁 1.000g, 置于 100mL 烧杯中。加水 20mL, 加盐酸溶液 (1+1) 50mL, 缓慢加热溶解。当完全溶解后, 加过硫酸铵 0.1g~0.2g, 煮沸 3min, 冷却至

室温，移入 1000mL 容量瓶，用水稀释至刻度。

5.3 盐酸溶液：1+1。

5.4 盐酸溶液：2mol/L。量取密度为 1.19g/mL 的优级纯盐酸 180mL，稀释至 1000mL。

5.5 100g/L 磺基水杨酸指示剂：称取 10g 磺基水杨酸溶于水中，稀释至 100mL。

5.6 氨水溶液：1+1。

5.7 邻啡罗啉溶液（1g/L）：称取 0.5g 邻啡罗啉溶解于水中，稀释至 500mL。

5.8 EDTA 标准溶液：称取 EDTA[乙二胺四乙酸二钠（ $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ）]1.9g，溶于 200mL 水中，溶液移入 1000mL 容量瓶，并稀释至刻度，摇匀。

标定 EDTA 溶液对铁的滴定度：准确吸取铁标准溶液（1mL 含 1mg Fe_2O_3 ）5mL，加水稀释至 100mL，按本部分 6.1（不需加邻啡罗啉）标定 EDTA 溶液对铁的滴定度。

EDTA 溶液对铁（ Fe_2O_3 ）的滴定度 T 按式（1）计算，即

$$T = \frac{CV}{a} \quad (1)$$

式中：

C ——铁标准溶液的浓度，mg/mL；

V ——取铁标准溶液的体积，mL；

a ——标定所消耗 EDTA 溶液的体积，mL。

6 分析步骤

6.1 吸取按 DL/T 1151.2 规定制备的多项分析试液 V mL（含 0.5mg Fe_2O_3 以上），注入 250mL 锥形瓶中，补加试剂水到 100mL。

6.2 加 100g/L 磺基水杨酸指示剂 1mL，滴加氨水（1+1）并充分摇动至溶液由紫色变为橙色（pH 值约为 8）。

6.3 加 2mol/L 盐酸溶液 1mL~2mL，调节 pH 值为 1.8~2.0（用精密 pH 试纸检验），加入 1g/L 邻啡罗啉 5mL，加热至 70℃左右，趁热用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为浅黄色（铁含量低时为无色）即为终点。

注：滴定完毕时溶液温度应在 60℃左右。

7 结果的表述

试样中三氧化二铁的含量 $X_{Fe_2O_3}$ （%）按式（2）计算，即

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{Ta}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

T ——EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度，mg/mL；

a ——滴定消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；

m ——试样的质量，mg；

V ——吸取待测试液的体积，mL。

8 测定结果的允许差

三氧化二铁测定结果的允许差见表 1。

表 1 三氧化二铁测定结果的允许差

三氧化二铁的含量 %	同一实验室 %	不同实验室 %
≤5	0.3	0.6
5~10	0.4	0.8
10~20	0.5	1.0
20~30	0.6	1.1
30~50	0.8	1.5
50 以上	1.1	2.0