

络合滴定法测定低压流体输送用镀锌焊接钢管镀锌层重量

宋建华 殷晓梅 马艳洁 左文才 李庆娟

(山东省建筑科学研究院 济南 250031)

摘要 介绍了利用络合滴定法测定低压流体输送用镀锌焊接钢管镀锌层重量的方法,试样用稀硫酸溶解,在 pH 值 1.5~2.0 的弱酸性介质中,以磺基水杨酸钠为指示剂,用 EDTA 滴定铁,调 pH 为 5.5,以 PAN 为指示剂,用 EDTA 滴定锌,由 EDTA 用量求出锌的重量,同 GB/T 3091-93 方法比较,试验结果满意。

关键词 络合滴定 镀锌层 镀锌层焊接钢管

DETERMINATION OF THE MASS OF ZINC PLATING LAYER OF WELDED STEEL PIPE BY CHELATOMETRIC TITRATION

Song Jianhua, Yin Xiaomei, Ma Yanjie, Zuo Wencai and Li Qingjuan

(Shandong Research Institute of Architectural Science Jinan 250031)

Abstract It is reported in this paper that the mass of the zinc plating layer of welded steel pipe can be determined by chelatometric titration. The sample is treated with dilute sulfuric acid, iron (II) in the solution is first titrated with EDTA at pH 1.5~2.0 with sulfosalicylic acid as indicator, and zinc is then determined in the same solution by titrating with EDTA at pH 5.5 using PAN as indicator. Finally the mass of the zinc plating layer is calculated by the formula given. Results obtained by this method are proved to be accurate and reliable.

Keywords Chelatometric titration Zinc plating layer Welded steel pipe

镀锌焊接钢管镀锌层重量一般按 GB/T 3091-93 进行测定,试验发现,该国标中的某些方面不尽理想。首先,所用溶剂浓盐酸易挥发,有害人体,污染环境;其次,锌与铁的电位差($E_{Zn^{2+}/Zn}^{\ominus} = -0.762V$, $E_{Fe^{2+}/Fe}^{\ominus} = -0.44V$)相差太小,在溶解锌的过程中,部分铁随之溶解,虽然浓盐酸对铁有钝化现象及加入缓冲剂三氯化锡,但仍有部分铁溶解而使结果不稳定;另外,若镀锌管镀锌层不均匀或清洗不彻底,也会产生误差而影响试验结果。利用 EDTA 络合滴定法可克服以上缺点且结果稳定、准确、快速简便。

1 试验部分

1.1 试剂

乙酸-乙酸钠缓冲溶液: pH=5.5, 称无水乙酸钠 124g 溶于水中,加冰乙酸 10ml,用水稀至 1L。

磺基水杨酸钠溶液: $100g \cdot L^{-1}$, 称取磺基水杨酸钠 10g 溶于 100ml 水中。

PAN 指示剂: $2g \cdot L^{-1}$, 称取 PAN [1-(2-吡啶基-偶氮)-2-萘酚] 0.2g 溶于 100ml 酒精中。

水为去离子水,试剂为分析纯或优级纯试剂。

EDTA 标准溶液: $0.0300mol \cdot L^{-1}$, 称取已于

$105^{\circ}C$ 烘过 2h 的基准试剂 EDTA 11.1675g, 置于 300ml 烧杯中,加水溶解后定容于 1L 量瓶中。

硫酸铜标准溶液^[1]: 称取 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 7.488g 溶于水中,加硫酸溶液(1+1)3~4 滴,定容于 1L 量瓶中,摇匀备用,浓度待标。

移取 EDTA 标准溶液 10~15ml 于 250ml 烧杯中,加水稀至 100ml,用氨水(1+1)调溶液的 pH 值等于 5 左右,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液 15ml,盖上表面皿,加热煮沸 1min,稍冷后加 PAN 指示剂 4~5 滴,用硫酸铜标准溶液滴定至亮紫色。

$$k = \frac{V_{EDTA}}{V_{CuSO_4}}$$

$$C_{CuSO_4} = C_{EDTA} \cdot k$$

式中 k ——EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比

C_{CuSO_4} ——硫酸铜标准溶液的浓度, $mol \cdot L^{-1}$

C_{EDTA} ——EDTA 标准溶液的浓度, $mol \cdot L^{-1}$

V_{EDTA} ——EDTA 标准溶液的体积, ml

V_{CuSO_4} ——滴定时消耗硫酸铜标准溶液的体积

1.2 试验方法

1.2.1 镀锌管锌含量的测定

截取 20~30mm 长的镀锌管,用无水乙醇擦洗干净,置于盛有硫酸溶液(1+5)100ml 的烧杯中,盖上表面皿,反应 5~8min 后,取下表面皿,用洗瓶吹洗,用玻璃棒翻动钢管,使之反应完全,待镀锌层全部溶解,洗出钢管,将溶液移入 250ml 的量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。

吸取上述溶液 10ml 于 500ml 烧杯中,用水稀释至 50ml 左右,加磺基水杨酸钠 10 滴,用盐酸(1+1)溶液和氨水(1+1)溶液调溶液的 pH 值等于 1.8,用 EDTA 标准溶液缓慢滴定,至亮黄色,记下读数,此读数为铁离子所耗 EDTA 的毫升数,向溶液中准确加入 EDTA 标准溶液 20ml,再加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液 15ml,盖上表面皿,加热煮沸 1min,取下稍冷后,加 PAN 指示剂 3 滴,用硫酸铜标准溶液滴定至亮紫色或宝石蓝色。

1.2.2 计算

$$m_A = \frac{C_{EDTA} \cdot n \cdot (V_{EDTA} - k \cdot V_{CuSO_4}) \times 0.06538}{\pi \cdot (D + d) \cdot h}$$

式中 m_A ——单位面积上镀锌层的重量, $g \cdot m^{-2}$
 0.06538——与 1.00ml EDTA 标准溶液相当的以克表示锌的质量
 n ——溶液稀释的倍数
 D, d ——钢管的外径、内径, m
 h ——钢管的长度, m

2 结果与讨论

2.1 取料长度对结果的影响^[2]

截取同一规格不同长度的镀锌管进行试验,试验中发现取样长度小于 20mm 误差很大,结果不稳,而取样在 25~30mm,相对误差不超过 3%,完全满足试验要求。

2.2 试验结果比较

对同外径、同一长度的镀锌钢管,用不同方法进

行测试并进行比较,其测试结果见表。

表 不同方法测试结果

| 外径 (d/mm) | 国标法 ($\rho/g \cdot m^{-2}$) | 本法 | 外径 (d/mm) | 国标法 ($\rho/g \cdot m^{-2}$) | 本法 |
|--------------|----------------------------------|-----|--------------|----------------------------------|-----|
| 21.3 | 580 | 566 | 42.3 | 620 | 624 |
| 26.8 | 680 | 671 | 47.5 | 580 | 570 |
| 33.5 | 535 | 533 | 52.8 | 590 | 580 |

从表中看出,两种方法所得结果差别不大,本法可靠性很强。但在国标法测定中,镀锌管试样于浓盐酸介质中随时间变化,铁溶解量亦随之增大,试样在浓盐酸介质中 20min 以内,铁溶解速度很快,溶解量变化很大,在 GB/T 3091-93 中,并未规定明确的反应时间,仅以氢气发生量的多少为界限,使铁的溶解量不一致而造成测定结果不稳定,但在络合滴定法测定中,不管试样浸于溶液中时间的长短,均在滴定过程中首先将铁离子络合完全,再滴定锌离子,故计算得出镀锌层的重量不会随时间有变化。

其次,有些镀锌焊接钢管镀锌层不均匀,或是清洗不彻底,依据 GB/T 3091-93 方法,将一些溶解于盐酸介质的杂质或铁也并入镀锌层的重量计算,产生正误差。

利用络合滴定法测定镀锌焊接钢管镀锌层的重量,结果稳定、准确、快速,克服了 GB/T 3091-93 方法中试剂对环境的污染及由于部分铁的溶解而产生的误差。虽然络合滴定法受铝、钛等因素的干扰,但可通过调节 pH 值进行滴定校正。

参 考 文 献

- 1 GB/T 176-1996 水泥化学分析方法
- 2 GB/T 3091-93 低压流体输送用镀锌焊接钢管

收稿日期:1998-03-26

读者园地

问:过硫酸铵氧化法与高碘酸钾(或钠)氧化法相比究竟用哪种方法好?(均指加热显色的条件)

答:两种氧化方法各有优缺点。过硫酸铵氧化法的优点是氧化速度快,操作较简便,试剂的价格较便宜。高碘酸盐氧化法氧化后的 MnO_4^- 十分稳定,但反应时间较长,试剂价格较贵。有人认为,过硫酸铵氧化所得 MnO_4^- 稳定性较差,但在优化的条件下操作其稳定性也无甚问题。一般而言,在日常快速测

——浙江读者 高佳

定、高速分析或自动分析中采用过硫酸铵氧化法效果较好;而在国内外的标准方法中则几乎全部采用高碘酸盐氧化法。所以,分析工作者应根据工作的需要选择合适的氧化剂及其反应条件。

吴 诚

(上海材料研究所 200437)