

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中锌含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14637.1—93

Industrial circulating cooling water—Determination of
zinc—Atomic absorption spectrometric method

本标准参照采用国际标准 ISO 8288—1986《水质——钴、镍、铜、锌、镉、铅的测定——原子吸收光谱法》中锌的测定方法。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水中锌的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中锌含量为 0.1~20.0mg/L 的测定,也适用于各种工业用水、原水及生活用水中锌含量的测定。

2 引用标准

GB/T 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析法术语

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6819 溶解乙炔

3 术语

本标准中涉及到火焰原子吸收光谱术语见 GB/T 4470。

4 方法原理

工业循环冷却水样品,经雾化喷入火焰,锌离子被热解为基态原子,以锌共振线 213.9nm 为分析线,以空气-乙炔火焰测定锌原子的吸光度。水中各种共存元素和加入的水处理药剂对锌的测定均应无干扰。

5 试剂和材料

本试验所用水应符合 GB 6682 中二级或三级水的规格。所用试剂在没有注明其他要求时均指分析纯试剂。

试验中所用乙炔气应符合 GB 6819 之规定。

5.1 硝酸(GB 626);

5.2 硝酸(GB 626)溶液:1+1;

5.3 硝酸(GB 626)溶液:1+499;

5.4 锌标准溶液:

5.4.1 锌标准溶液 I:

称取锌粒 1.000g,精确至 0.000 2g。放置于 100mL 烧杯中,加入 10mL 水和 20mL 硝酸溶液(5.2),

在电炉上慢慢加热溶解,冷却后转移至 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此标准溶液 1.00mL 含锌 1.00mg。

5.4.2 锌标准溶液 I:

移取锌标准溶液 I (5.4.1) 5.0mL,放入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此标准溶液 1.00mL 含锌 0.050mg。

5.4.3 锌标准溶液 II:

移取锌标准溶液 I (5.4.2) 5.0mL,放入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此标准溶液 1.00mL 含锌 0.005 0mg(需当天配制)。

6 仪器

原子吸收光谱仪和一般实验室用仪器。

6.1 原子吸收光谱仪,应配有锌空心阴极灯,空气-乙炔预混合燃烧器,背景扣除校正器(本标准推荐使用连续光谱氘灯扣除背景)、打印机或记录仪等。

所用原子吸收光谱仪均应达到下列指标:

6.1.1 检测限:在测量工业循环冷却水样品中,锌的检测限应小于 0.05mg/L。

6.1.2 工作曲线线性:工作曲线上部 20%浓度范围内的斜率与下部 20%浓度范围内斜率之比值,应不小于 0.7。

6.1.3 最低精密度要求:工作曲线中浓度最高的标准溶液的 10 次吸光度的标准偏差,应不超过其平均吸光度的 1.5%;浓度最低的标准溶液(不是零浓度溶液)的 10 次吸光度的标准偏差,应不超过浓度最高的标准溶液平均吸光度的 0.05%。

7 工作条件的选择

按照仪器说明书所提供的最佳条件调节波长 213.9nm,调试灯电流、通带、积分时间、火焰条件、背景扣除等,仪器开机点火后需稳定一段时间(约 5~10min),方能进行测定。

8 测定步骤

8.1 试样的制备

取现场水样约 500mL,加入硝酸(5.1)酸化至 pH 值 1 左右(每升水样加入 2.0mL 硝酸(5.1),当水样中悬浮物较多时,需用中速定量滤纸过滤,滤液贮于聚乙烯塑料瓶中(试样保存 2 周)。

8.2 标准曲线的制作

用移液管移取锌标准溶液(5.4.3)0.0(空白)、2.0、4.0、6.0、8.0mL 分别置于 50mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.3)稀释至刻度,此标准系列含锌量为 0.00、0.20、0.40、0.60、0.80mg/L,在仪器的最佳条件下,于波长 213.9nm 处,以空白调零,测定其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的锌含量 mg/L 为横坐标,绘制出标准曲线。

8.3 试样的测定

用移液管移取 5.0~20.0mL 试样溶液(8.1),放入 50mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.3)稀释至刻度,摇匀。按标准曲线的制作(8.2)中同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从标准曲线中求得相应的锌含量 mg/L。

试样中锌含量若超过标准曲线范围,可稀释后测定。

8.4 分析结果的表述

以锌离子质量浓度表示的锌含量 X (mg/L)按式(1)计算:

$$X = \rho \frac{f \cdot 50}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中： ρ ——从标准曲线中查得锌的浓度，mg/L；

f ——酸化后试样的体积(mL)与原所取水样体积(mL)之比；

V_0 ——所取试样溶液的体积，mL；

50——测定时试样溶液的总体积，mL。

9 允许差

实验室之间分析结果差值不应小于表1所列允许差值：

表 1

mg/L

锌 含 量	允 许 差
<1	≤ 0.05
1~10	≤ 0.1
10~20	≤ 0.5

10 安全事项

10.1 仪器的燃烧器上方要安装排风装置；

10.2 两种气源离仪器适当距离；

10.3 经常检查管道，防止气体泄漏，严格遵守有关操作规程；

10.4 使用乙炔气为燃料时，钢瓶内含有丙酮和硅藻土等填料，当压力低于 0.5MPa 时，应更换钢瓶，防止瓶内丙酮等物会沿管道流进火焰，造成火焰燃烧不稳定，噪音增大。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院负责起草。

本标准主要起草人邵维仁、单琪、蓝成君、何晓琴、朱传俊。