

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水水垢中锌的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14637.2—93

Scale in industrial circulating cooling water—Determination
of zinc—Atomic absorption spectrometric method

本标准参照国际标准 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水垢中锌含量的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水水垢中锌含量为 0.01%~1% (0.1~10mg/g) 的测定,也适用于锅炉水水垢中锌含量的测定。

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分析术语见 GB/T 4470。

4 方法原理

试样经盐酸、硝酸分解后,再用高氯酸将硅酸胶体脱水成二氧化硅沉淀,过滤分离,将滤液喷入火焰,在高温的作用下,样品中的锌离子被热解离为基态原子,以锌共振线 213.9nm 为分析线,吸收值的大小与火焰中原子浓度成正比,由标准曲线求得样品中锌含量。

水中共存元素及加入的水处理药剂对锌的测定均无干扰。

5 试剂和材料

本标准所用水应符合 GB 6682 中二级或三级水规格,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 盐酸(GB 622);

5.2 硝酸(GB 626);

5.3 高氯酸(GB 623);

5.4 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

5.5 硝酸(GB 626)溶液:1+9;

5.6 硝酸银(GB 670)溶液:10g/L;

5.7 锌标准溶液:

5.7.1 锌标准溶液 I:称取高纯锌粒 1.000g,精确至 0.000 2g,放入 200mL 烧杯中加入盐酸溶液(5.4)10mL 和 50mL 水,在电炉上加热溶解,将氯化氢气体除去,用水稀释至 1 000mL,摇匀备用,此标准溶液 1.00mL 含锌 1.00mg。

5.7.2 锌标准溶液 II:移取锌标准溶液(5.7.1)5.0mL,放入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用,此标准溶液 1.00mL 含锌 0.050mg。

5.7.3 锌标准溶液 III:移取锌标准溶液(5.7.2)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 仪器和设备

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,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,打印机或记录仪。

所用原子吸收光谱仪均应达到下列指标:

6.1.1 检出限:在与测量样品溶液的基体一致的溶液中,锌的检出限应小于 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 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 0.5%。

6.2 箱式电阻炉。

6.3 电热板或可调电炉。

6.4 瓷坩埚:30mL。

6.5 定量滤纸:中速。

7 工作条件的选择

按照仪器使用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 5~10min,方能进行测定。

8 测定步骤

8.1 试样的制备

采集垢样后,用四分法取 20g 垢样,在 105℃下干燥 2~24h(时间长短根据垢样含水量而定),经粉碎、研磨、过筛(150 μ m 试验筛)后,再置于 105℃下干燥至恒重,放入干燥器中备用。

8.2 试样溶液的制备

称取约 0.50g 试样,准确至 0.000 2g。放于 30mL 瓷坩埚中,置于高温炉升温至 600℃灼热 30min,冷却后,将试样移入 250mL 烧杯中,加少量水润湿,缓慢加入盐酸(5.1)20mL,硝酸(5.2)10mL,盖上表面皿,放在电热板或可调电炉上加热煮沸溶解约 20min,试样若有黄褐色残渣,可再加入 20mL 盐酸煮至溶液清亮,并有盐类析出,试样冷却后加入高氯酸(5.3)20mL,再加热至试样冒浓厚白烟,至溶液体积约 5mL 时取下,冷却,加入 50mL 水,用玻璃棒充分搅拌加热溶解,冷却后用定量滤纸(6.5)过滤,用硝酸溶液(5.5)洗涤五次后,用水洗至无氯离子为止(用 10g/L 硝酸银溶液检验)。将滤液和洗涤液一起收集于 500mL 容量瓶备用,此为试样溶液。

8.3 空白溶液

除不加试样外,按上述手续操作,同时处理,制得空白溶液。

8.4 标准曲线的制作

移取锌标准溶液(5.7.3)0.0、1.0、2.0、3.0、4.0mL 分别置于 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列锌的浓度为 0.00、0.10、0.20、0.30、0.40mg/L。在仪器的最佳条件下,于波长 213.9nm 处,以水溶液调零,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,绘制标准曲线。

8.5 测定

按标准曲线制作(8.4)中同等的仪器条件,以水调零测定试样溶液(8.2)和空白溶液(8.3)的吸光度,从标准曲线中查出相对应的锌含量(mg/L),进行计算。

8.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的锌含量 X ,按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho_{\text{试}} - \rho_{\text{空}}) \times 0.5 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: $\rho_{\text{试}}$ ——从标准曲线中查得试样溶液中锌浓度,mg/L;

$\rho_{\text{空}}$ ——从标准曲线中查得空白溶液中锌浓度,mg/L;

m ——试样的质量,g;

0.5——试样溶液体积,L。

9 允许差

实验室之间分析结果差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

含量范围	室间允许差
<0.1	≤0.01
0.1~1.0	≤0.05
1.0~10	≤0.10

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、蓝成君、单琪、何晓琴。