

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中铜含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14638.1—93

Industrial circulating cooling water—Determination of
copper—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》中铜的测定方法。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水中铜的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中铜含量为 0.5~50mg/L 的测定,也适用于各种工业用水、原水及生活用水中铜含量的测定。

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,铜离子被热解为基态原子,以铜共振线 324.7nm 为分析线,以空气-乙炔火焰测定铜原子的吸光度。水中各种共存元素及水处理药剂对铜的测定均无干扰。

5 试剂和材料

本实验所用水应符合 GB 6682 中二级或三级用水规格。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 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 铜标准溶液:

5.4.1 铜标准溶液 I:称取铜丝(高纯)1.000g,精确至 0.000 2g。放入 200mL 烧杯中,加入 50.0mL 水和 1.0mL 硝酸溶液(5.2),在电炉上慢慢加热使铜丝完全溶解,赶尽氮的氧化物,冷却后用硝酸溶液(5.3)稀释至 1 000mL 容量瓶中,摇匀,此溶液 1.00mL 含铜 1.00mg。

5.4.2 铜标准溶液Ⅱ：移取铜标准溶液Ⅰ(5.4.1)5.0mL，放入100mL容量瓶中，用硝酸溶液(5.3)稀释至刻度，此溶液1.00mL含铜0.050mg。

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，应配有铜空心阴极灯，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氙灯扣除背景)、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 检出限：在测量循环冷却水样品中，铜的检出限应小于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0.5%。

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324.7nm，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

取现场循环冷却水样品约500mL，加入硝酸(5.1)酸化水样至pH值1左右(每升水样加入2.0mL硝酸)，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(试样最长可放置2周)。

8.2 标准曲线的制作

移取铜标准溶液(5.4.2)0.0(空白)、1.0、2.0、3.0、4.0mL放置50mL容量瓶中，用硝酸溶液(5.3)稀释至刻度，摇匀，此标准溶液含铜的浓度为：0.0、1.0、2.0、3.0、4.0mg/L，在仪器的最佳工作条件下，于波长324.7nm处，以空白调零测定其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标，相对应的铜含量(mg/L)为横坐标，绘制出标准曲线。

8.3 试样的测定

用移液管移取试样溶液25.0mL，放置于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)中同等的仪器条件，以空白调零测定其吸光度，从标准曲线中查出相对应的铜含量mg/L。

8.4 分析结果的表述

以铜离子质量浓度表示的铜含量X(mg/L)按式(1)计算：

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

式中：ρ——从标准曲线中查得的铜的浓度，mg/L；

f——酸化后试样体积(mL)与所取水样体积(mL)之比(见8.1)；

V₀——所取试样溶液的体积，mL；

50——测定时试样稀释后的溶液总体积，mL。

9 允许差

实验室之间分析结果差值不应大于表1所列允许差。

表 1

mg/L

铜 含 量	允 许 差
<1.0	≤ 0.03
1.0~5.0	≤ 0.05
5.0~10.0	≤ 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 两种气源要离仪器适当距离；

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 使用乙炔为燃料时，乙炔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。