

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水水垢中铜的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14638.2—93

Scale in 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水垢中铜的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水水垢中铜含量为 0.05%~1% (0.5~10mg/g) 的测定,也适用于锅炉水水垢的测定。

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

本标准中涉及到的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,试样中的铜离子被热解为基态原子。以铜共振线 324.7nm 为分析线,吸收值的大小与火焰中原子浓度成正比,由标准曲线求得试样中铜含量。

水中共存元素及加入的水处理药剂对铜的测定均应无干扰(见附录 A)。

5 试剂和材料

本标准所用水应符合 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 盐酸(GB 622);

5.2 硝酸(GB 626);

5.3 硝酸(GB 626)溶液:1+99;

5.4 硝酸(GB 626)溶液:1+1;

5.5 硝酸银(GB 670)溶液:10g/L;

5.6 高氯酸(GB 623);

国家技术监督局 1993-08-06 批准

1994-07-01 实施

5.7 铜标准溶液:

5.7.1 铜标准溶液 I:称取高纯铜丝 1.000g,精确至 0.000 2g,放入 200mL 烧杯中,加入 50mL 水,再加入硝酸溶液(5.4)10mL,在电炉上低温加热溶解,赶尽氮的氧化物,转移至 1 000mL 容量瓶中,摇匀,贮于聚乙烯塑料瓶中,此溶液 1.00mL 含铜 1.00mg。

5.7.2 铜标准溶液 II:移取铜标准溶液 I (5.7.1)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 含铜 0.050mg。

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氘灯扣除背景)、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:在与测量试样溶液的基体一致的溶液中,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 0.5%。

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、调整波长 324.7nm、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,于 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(150μm 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 0.5g 试料,精确至 0.000 2g。放于 50mL 瓷坩埚中,置于高温炉升温至 600℃灼烧 30min,冷却后将试样移入 250mL 烧杯中,加少量水润湿试样,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,可再加入盐酸(5.1)20mL 煮至溶液清亮,并有盐类析出,试样冷却后加入 20.0mL 高氯酸(5.6),再加热至试样冒浓厚白烟,至体积约 5.0mL 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(5.8)过滤,用硝酸溶液(5.3)洗涤 5 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

移取铜标准溶液(5.7.2)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,此标准系列为 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0mg/L 铜,在仪器的最佳条件下,于波长 324.7nm 处,以水调零,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。

8.5 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铜含量 mg/L,进行计算。

8.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铜含量 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: $\rho_{\text{试}}$ ——从标准曲线查得试样溶液中铜浓度,mg/L;

$\rho_{\text{空}}$ ——从标准曲线查得空白溶液中铜浓度,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
<0.05	≤0.005
0.05~1.0	≤0.10
1.0~10.0	≤0.1~0.5

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 时应更换乙炔钢瓶,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。