

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中钠含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14641—93

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水中钠的测定方法。

本标准适用于含钠 20~500mg/L 工业循环冷却水中钠含量的测定,也适用于各种工业用水、原水和生活用水中钠含量的测定。

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术语见 GB/T 4470。

4 方法原理

工业循环水样品经雾化喷入火焰,钠离子被热解离为基态原子,以钠共振线 330.2nm 和 589.6nm 为分析线,以空气-乙炔火焰测定钠原子的吸光度。水中各种共存元素及水处理药剂对钠的测定均不干扰(见附录 A)。

5 试剂和材料

本试验所用水应符合 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 盐酸(GB 622);

5.2 氯化钠标准溶液:

5.2.1 钠标准溶液:称取在 105~110℃烘至恒重的光谱纯氯化钠 2.548 1g 精确至 0.000 2g,放置 100mL 烧杯中,加水溶解,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 含钠 1.00mg。

6 仪器

原子吸收光谱仪和一般实验室用仪器。

国家技术监督局 1993-08-06 批准

1994-07-01 实施

6.1 原子吸收光谱仪应配有钠空心阴极灯,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氖灯扣除背景)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:在测量循环冷却水样品中,钠的检出限应小于 0.4mg/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%。

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 330.2nm 或 589.6nm,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,加入盐酸(5.1)酸化至 pH1 左右(每升水样加入 8.0mL 盐酸)。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。该试样品可放置 2 周。

8.2 标准曲线的制作:

准确移取钠标准溶液(5.2.1)0.00、2.50、5.00、7.50、10.0mL,分别置于 50.0mL 容量瓶中,加水稀释至刻度摇匀。此标准系列浓度为 0.00、50.0、100.0、150.0、200.0mg/L,在波长为 330.2nm 处,调节仪器为最佳工作状态,以水调零,以测定的吸光度为纵坐标,相对应的钠含量 mg/L 为横坐标,绘制出标准曲线。

8.3 试样的测定

按标准曲线的制作中同等仪器条件,以水为空白调零,测定试样(8.1)的吸光度,若水样中钠含量大于 200mg/L,可稀释后测定,若水样中钠含量小于 20mg/L 时,按附录 B 测定。

8.4 分析结果的表述

以钠离子质量浓度表示的钠含量 X (mg/L)按式(1)计算:

$$X = \rho \cdot f \quad (1)$$

式中: ρ ——从标准曲线中查得钠的浓度,mg/L;

f ——酸化后试样的体积(mL)与所取水样体积(mL)之比(见 8.1)。

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

钠 含 量	允 许 差
20~100	≤1.0
100~500	≤2.0
>650	≤4.0

10 安全事项

10.1 仪器的燃烧器上方要按装排风装置;

- 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 使用乙炔气为燃气时，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。

附录 A

水中共存元素及水处理药剂的干扰

(参考件)

钠在自然界分布极广,几乎所有的天然水中都有钠。钠在水中溶解性很大,虽然不能形成沉淀析出,但能产生高的电导,使铝材和不锈钢等材质产生点蚀。在循环冷却水中,通常存在着一些无机离子和加入的水处理药剂,在以下给定范围内不干扰测定。

a. 水中无机离子

SO_4^{2-} 100mg/L; Mg^{2+} 40mg/L; Zn^{2+} 20mg/L; Ca^{2+} 500mg/L; PO_4^{3-} 60mg/L; Fe^{2+} 100mg/L; Cu^{2+} 20mg/L; K^+ 50mg/L; Al^{3+} 30mg/L; Cl^- 500mg/L; Si^{4+} 40mg/L。

b. 水处理药剂

聚丙烯酸 10mg/L; HEDP 10mg/L; ATMP 10mg/L; 聚季胺盐 100mg/L; 苯骈三氮唑 3mg/L。

附录 B

以钠共振线 589.6nm 为分析线测定钠含量低于 20mg/L 时的分析步骤

(补充件)

B1 标准溶液的制备

B1.1 用移液管移取钠标准溶液(5.2.1)5.0mL,置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准溶液 1.0mL 含钠 0.050mg。

B2 标准曲线的制作

准确移取钠标准溶液(B1.1)0.00(空白)、0.50、1.00、1.50、2.00mL,置于 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度摇匀,此标准系列含钠的浓度为 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00mg/L,在波长 589.6nm 处,调节仪器为最佳工作状态,以空白调零,以测定的吸光度为纵坐标,相对应的钠含量 mg/L 为横坐标,绘制出标准曲线。

B3 样品的测定

用移液管移取试样溶液(8.1)2.0~10.0mL,置于 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按标准曲线的制作(C2)中同等仪器条件,以水为空白调零,测定其吸光度,从标准曲线中求得相应的钾含量(mg/L)。

B4 分析结果的表述

以钠离子质量浓度表示的钠含量 X (mg/L)按式(B1)计算:

$$X = \rho \cdot \frac{f \cdot 50}{V_0} \dots\dots\dots (B1)$$

式中: ρ ——从标准曲线中查得钠的浓度,mg/L;

f ——酸化后试样体积(mL)与所取水样体积(mL)之比(见 8.1);

V_0 ——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。

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、张彦丽。

本标准参照采用美国试验与材料协会标准 ASTM D4191—1982(1987 修订)《原子吸收光谱法测定水中钠试验方法》。