

GB/T 16634—1996

前 言

磷锌预膜液是一种工业循环冷却水中防止金属设备表面腐蚀的很有效的药剂。准确地测定锌离子的浓度可有效地控制预膜液药剂的投放量和保持预膜效果,为设备的安全、稳定运行创造了条件。

本标准的制定为磷锌预膜液中锌含量的测定提供了一种准确、快速、简便的方法。

本标准非等效采用 ISO 8288:1986《水质——钴、镍、铜、锌、镉和铅量的测定——火焰原子吸收光谱法》中锌的测定方法。

本标准与 ISO 8288—1986 的主要技术差异在于:ISO 8288 规定了“钴、镍、铜、锌、镉和铅”六种元素的测定,而本标准只规定了锌的测定,ISO 8288 中规定了 A(直接用火焰原子吸收光谱法测定)、B、C(螯合、提取后用火焰原子吸收光谱法测定)三种方法,而由于本标准条件下的共存元素对锌的测定无干扰,所以只采用了 ISO 8288 中的方法 A。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部天津化工研究院归口。

本标准负责起草单位:化工部天津化工研究院。

本标准的主要起草人:邵宏谦、蓝成君。

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水用磷锌预膜液中 锌含量的测定 原子吸收光谱法

Industrial circulating cooling water—
Determination of zinc
for phosphorus-zinc prefilming fluid—
Atomic absorption spectrometric method

GB/T 16634—1996
neq ISO 8288:1986

1 范围

本标准规定了磷锌预膜液中锌含量的测定方法,即原子吸收光谱法。

本标准适用于磷锌预膜液中锌含量范围 0.1~20 mg/L 的测定,也适用各种工业用水、原水和生活用水中锌含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 6819—86 溶解乙炔

3 方法原理

磷锌预膜液试样,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。水中各种共存元素对锌的测定均无干扰。

4 试剂与材料

本标准所用试剂和水,在没有注明其他规定时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所用乙炔气应符合 GB/T 6819 的规定。

4.1 硝酸。

4.2 硝酸:1+499 溶液。

4.3 锌标准贮备液:1 mL 含 1.0 mgZn,称取锌粒 1.000 g,精确至 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 水和 10 mL 硝酸(4.1),在电炉上慢慢加热溶解。冷却后转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4 锌标准溶液:1 mL 含 0.005 mgZn,移取 5.00 mL 锌标准贮备液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。临用时,移取 5.00 mL 此溶液,置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器、设备

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(本标准推荐使用

连续光谱氘灯扣除背景)和记录仪。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标:

- a) 检出限: 锌的检出限应小于 0.05 mg/L。
- b) 工作曲线线性: 工作曲线上部 20% 浓度范围内斜率与下部 20% 浓度范围内斜率的比值, 应不小于 0.7。
- c) 最低精密度要求: 工作曲线中最高浓度标准溶液的 10 次吸光度的标准偏差, 应不超过平均吸光度的 1.5%。最低浓度标准溶液(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%。

6 工作条件

波长 213.9 nm。

灯电流、通带、积分时间、火焰条件等按照仪器说明书所提供的最佳条件确定。

仪器开机点火后需稳定约 5~10 min, 方能进行测定。

7 测定步骤

7.1 工作曲线的绘制

移取锌标准溶液(4.4)0(试剂空白)、2.00、4.00、6.00、8.00 mL, 分别置于 50 mL 容量瓶中。用硝酸溶液(4.2)稀释至刻度, 摇匀。此标准系列锌的浓度分别为 0.00、0.20、0.40、0.60、0.80 mg/L。在仪器的最佳条件下, 于波长 213.9 nm 处, 以试剂空白为参比测定吸光度。以吸光度为纵坐标, 相应的锌含量(mg/L)为横坐标, 绘制工作曲线。

7.2 测定

准确移取一定量的预膜液水样(当水样中悬浮物较多时, 预先用中速定量滤纸过滤), 置于 50 mL 容量瓶中。用硝酸溶液(4.2)稀释至刻度, 摇匀。在仪器的最佳条件下, 于波长 213.9 nm 处, 以试剂空白为参比, 测定吸光度。

若预膜液样品中锌含量超过工作曲线范围, 可逐级稀释后测定。

8 分析结果的表述

以 mg/L 表示的锌含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{c}{V/50} = \frac{50 \cdot c}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c —— 根据测得的吸光度从工作曲线上查出的锌含量, mg/L;

V —— 测定时所取水样的体积, mL。

9 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.0 mg/L。

10 安全事项

10.1 仪器的燃烧器上方要安装排风装置。

10.2 两种气源与仪器应保持适当距离。

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 0.5 MPa 时应更换钢瓶, 防止瓶内丙酮会沿管道流进火焰, 造成火焰燃烧不稳定, 噪音增大。