

GB/T 16635—1996

前 言

水中钙离子是构成水的硬度以及造成设备、管道结垢、腐蚀的主要成分。但在实施水处理技术的预膜过程中尚需要维持一定的钙浓度。这样就需要准确地知道预膜液中钙离子的浓度。

本标准的制订为磷锌预膜液中钙含量的测定提供了一种准确、快速、简便的方法。

在本标准的制订中,非等效采用国际标准 ISO 7980:1986《水质——钙、镁的测定——原子吸收光谱法》,并进行了大量的验证试验。

本标准与 ISO 7980:1986 的主要技术差异在于本标准除采用氯化镉为释放剂外,还选用氯化铈为释放剂,并根据我国实际情况未采用一氧化二氮-乙炔火焰的条件。

本标准的附录 A 是提示的附录。

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 钙含量的测定 原子吸收光谱法

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

GB/T 16635—1996
neq ISO 7980:1986

1 范围

本标准规定了磷锌预膜液中钙含量的测定方法,即原子吸收光谱法。

本标准适用于磷锌预膜液中钙含量范围 0.5~75 mg/L 的测定,也适用于各种工业用水、原水和生活用水中钙含量的测定。

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为本标准的条文。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 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,钙离子被热解为基态原子,以钙共振线 422.7 nm 为分析线,以空气-乙炔火焰测定钙原子的吸光度,加入氯化铯或氯化镧可抑制水中各种元素的干扰(见附录 A)。

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 盐酸。

4.2 盐酸:1+99 溶液。

4.3 钙标准贮备液:1 mL 含 1.0 mgCa,称取 2.497 0 g 预先于 105~110℃烘至恒重的碳酸钙,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中。加入 50 mL 水,5 mL 盐酸(4.1)溶解,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4 钙标准溶液:1 mL 含 0.05 mgCa,移取 5.00 mL 钙标准贮备液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5 氯化镧溶液:20 g/L,称取 24 g 氧化镧(La_2O_3),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,慢慢加入 50 mL 盐酸(4.1)溶解。全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6 氯化铯溶液:50 g/L,称取 152 g 氯化铯($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,

20 mL 盐酸(4.1)溶解。全部转移至 1 000 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,配有钙空心阴极灯,空气-乙炔预混合燃烧器、记录仪。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标:

- a) 检出限:钙的检出限应小于 0.1 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的标准溶液的 10 次吸光度的标准偏差,应不超过平均吸光度的 0.5%。

6 工作条件

波长 422.7 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

移取钙标准溶液 0(试剂空白)、0.50、1.00、2.00、3.00 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中。加入 5.0 mL 氯化镭溶液或 2.0 mL 氯化镭溶液,用盐酸溶液(4.2)稀释至刻度,摇匀。此标准系列钙的浓度分别为 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00 mg/L。在仪器的最佳条件下,于波长 422.7 nm 处,以试剂空白为参比测定吸光度。以吸光度为纵坐标,相应的钙含量(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,加入 5.0 mL 氯化镭溶液或 2.0 mL 氯化镭溶液,用盐酸溶液(4.2)稀释至刻度,摇匀。在仪器的最佳条件下,于波长 422.7 nm 处,以试剂空白为参比,测定吸光度。

若所测钙含量超过工作曲线范围,可预先逐级稀释后测定。

8 分析结果的表述

以 mg/L 表示的钙含量(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钙的含量,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,钙含量小于 50 mg/L 时,不大于 1.0 mg/L,钙含量大于 50 mg/L 时,不大于 2.0 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。

GB/T 16635—1996

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。

附 录 A
(提示的附录)
水中共存元素的干扰及消除

在预膜液中,通常存在无机离子和水处理药剂。当水中含有 Al^{3+} 、 SiO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 等离子时会使测定灵敏度降低。加入氯化锶或氯化镧后,以下离子和药剂在给定的浓度范围内不干扰测定。

A1 水中无机离子

Fe^{2+} : 50 mg/L;
 Al^{3+} : 50 mg/L;
 Mg^{2+} : 80 mg/L;
 SiO_3^{2-} : 60 mg/L;
 Na^+ : 500 mg/L;
 K^+ : 50 mg/L;
 Cl^- : 500 mg/L;
 SO_4^{2-} : 100 mg/L;
 Cu^{2+} : 20 mg/L;
 PO_4^{3-} : 60 mg/L;
 Zn^{2+} : 50 mg/L。

A2 水处理药剂

六偏磷酸钠: 10 mg/L。
