

ICS 71.040.40
G 76



中华人民共和国国家标准

GB/T 14637—2007

代替 GB/T 14637.1~14637.2—1993 等

A large circular logo for the Standards Press of China is centered on the page. It features a stylized figure in the center, possibly representing a person or a symbol, with the text 'STANDARDS PRESS OF CHINA' around the perimeter.

工业循环冷却水及水垢中铜、锌的测定 原子吸收光谱法

Industrial circulating cooling water and scale—Determination of copper,
zinc—Atomic absorption spectrometric method

(ISO 8288:1986, Water quality—Determination of cobalt, nickel, copper, zinc,
cadmium and lead—Flame atomic absorption spectrometric methods, NEQ)

2007-08-13 发布

2008-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准对应于 ISO 8288:1986《水质 钴、镍、铜、锌、镉、铅的测定 原子吸收光谱法》(英文版),与 ISO 8288:1986 的一致性程度为非等效。

本标准同时代替 GB/T 14637.1—1993《工业循环冷却水中锌含量的测定 原子吸收光谱法》、GB/T 14637.2—1993《工业循环冷却水水垢中锌的测定 原子吸收光谱法》、GB/T 14638.1—1993《工业循环冷却水中铜含量的测定 原子吸收光谱法》、GB/T 14638.2—1993《工业循环冷却水水垢中铜的测定 原子吸收光谱法》、GB/T 16634—1996《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》。

本标准将 GB/T 14637.1—1993、GB/T 14637.2—1993、GB/T 14638.1—1993、GB/T 14638.2—1993 和 GB/T 16634—1996 的标准内容进行了调整和合并。

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:朱传俊、邵宏谦、李琳、白莹。

本标准所代替标准的版本发布情况为:

- GB/T 14637.1—1993;
- GB/T 14637.2—1993;
- GB/T 14638.1—1993;
- GB/T 14638.2—1993;
- GB/T 16634—1996。

工业循环冷却水及水垢中铜、锌的测定 原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了工业循环冷却水及水垢中铜、锌含量的测定方法——原子吸收光谱法。

本标准适用于工业循环冷却水中铜含量为 0.5 mg/L~50 mg/L、锌含量为 0.1 mg/L~20 mg/L，水垢中铜含量为 0.5 mg/g~10 mg/g、锌含量为 0.1 mg/g~10 mg/g 的测定。本标准也适用于各种工业用水、原水、生活用水及锅炉水水垢中铜、锌含量的测定。

本标准同时也适用于工业循环冷却水用磷锌预膜液中锌含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析术语(GB/T 4470—1998, idt ISO 6955:1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB 6819 溶解乙炔

HG/T 3530 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物试样的调查、采取和制备

3 术语和定义

本标准中涉及到的火焰原子吸收光谱分析术语和定义见 GB/T 4470。

4 原理

试样经雾化喷入火焰，铜、锌离子被热解为基态原子。分别以铜共振线 324.7 nm、锌共振线 213.9 nm 为分析线，以空气-乙炔火焰测定铜、锌原子的吸光度，吸收值的大小与火焰中原子浓度成正比，由校准曲线求得试样中铜、锌含量。水中各种共存元素和加入的水处理药剂对铜、锌的测定均无干扰。

5 试剂和材料

本标准所用试剂和水，除非另有规定，仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。试验中所用乙炔气应符合 GB 6819 之规定。

安全提示：本标准所使用的强酸具有腐蚀性，使用时应注意。溅到身上时，用大量水冲洗，避免吸入或接触皮肤。

5.1 水：GB/T 6682，三级。

5.2 盐酸。

5.3 硝酸。

5.4 高氯酸。

5.5 硝酸溶液：1+1。

5.6 硝酸溶液:1+99。

5.7 硝酸溶液:1+499。

5.8 硝酸银溶液:10 g/L。

5.9 铜标准储备溶液:1 000 mg/L。

称取高纯铜丝 1.000 g,精确至 0.2 mg,放入 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,再加入硝酸溶液(5.5)10 mL,在电炉上低温加热溶解,赶尽氮的氧化物,冷却后用硝酸溶液(5.7)稀释并转移至 1 000 mL 容量瓶中,摇匀,贮于聚乙烯塑料瓶中。此溶液 1.00 mL 含铜 1.00 mg。

5.10 铜标准溶液:50 mg/L。

移取铜标准储备溶液 5.0 mL,放入 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.7)稀释至刻度,摇匀。此标准溶液 1.00 mL 含铜 0.050 mg。

5.11 锌标准储备溶液:1 000 mg/L。

称取锌粒 1.000 g,精确至 0.2 mg。放置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水和 20 mL 硝酸溶液(5.5),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。此标准溶液 1.00 mL 含锌 1.00 mg。

5.12 锌标准溶液 I:50 mg/L。

移取锌标准储备溶液 5.0 mL,放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准溶液 1.00 mL 含锌 0.050 mg。

5.13 锌标准溶液 II:5 mg/L。

移取锌标准溶液 I 5.0 mL,放入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准溶液 1.00 mL 含锌 0.005 0 mg(需当天配制)。

6 仪器和设备

一般实验室用仪器和下列仪器。

6.1 原子吸收光谱仪:配有铜空心阴极灯、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),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、锌的检出限应小于 0.05 mg/L。

6.2 箱式电阻炉。

6.3 电热板或可调电炉。

6.4 瓷坩埚:30 mL。

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分别调节铜波长为 324.7 nm、锌波长为 213.9 nm,调试灯心流、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 min~10 min,方能进行测定。

8 试样的制备

8.1 水样的制备

取现场水样约 500 mL,加入硝酸酸化至 pH 值为 1 左右(每升水样加入 2.0 mL 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(试样可放置 2 星期)。

8.2 垢样的制备

8.2.1 称取按 HG/T 3530 制备好的试样约 0.5 g,精确到 0.2 mg。置于瓷坩埚中,从低温加热至 450℃,灼烧 30 min,冷却后将残渣全部转移到 250 mL 烧杯中。

8.2.2 慢慢加入 30 mL 盐酸(含碳酸盐较多的试样,应分批加入盐酸,以免产生大量二氧化碳气体,使溶液溅失)和 10 mL 硝酸,盖上表面皿,摇匀,在电热板或低温电炉上缓缓加热煮沸 20 min,若仍有褐色或棕黄色残渣,可再加入 20 mL 盐酸,煮沸至溶液清亮。

8.2.3 取下烧杯,稍冷加入 20 mL 高氯酸,再加热至冒浓厚白烟,将表面皿略为移开,继续缓缓加热至冒浓厚白烟 15 min~20 min,切不可将溶液蒸干。

8.2.4 从电热板或低温电炉上取下烧杯,冷却后加入 50 mL 温水,煮沸,充分搅拌使杯上的盐类溶解,用中速定量滤纸过滤,并将烧杯壁上附着的沉淀全部转移至滤纸上,先用硝酸溶液(5.6)洗涤 5 次,再用热水洗 8 次,至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验),滤液和洗液一并收集于 250 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。此为试样溶液 A。

8.2.5 除不加试样外,按上述手续操作,同时处理,制得空白溶液。

9 测定步骤

9.1 工业循环冷却水及水垢中铜含量的测定

9.1.1 校准曲线的绘制

移取铜标准溶液 0.0 mL(空白)、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铜量为 0.0 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L。在仪器的最佳工作条件下,于波长 324.7 nm 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,绘制出校准曲线。

9.1.2 测定

9.1.2.1 水样的测定

移取试样溶液(8.1)25 mL,放置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.7)稀释至刻度,摇匀。按校准曲线的制作中同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从校准曲线中查出相对应的铜含量(mg/L)。

水样中铜含量若超过校准曲线范围,可稀释后测定。

9.1.2.2 垢样的测定

按校准曲线制作中同等的仪器条件,以水调零测定试样溶液 A 和空白溶液的吸光度,从校准曲线中查出相对应的铜含量(mg/L),进行计算。

试样溶液中铜含量若超过校准曲线范围,可稀释后测定。

9.1.3 结果计算

9.1.3.1 水样中铜含量以质量浓度 ρ_1 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(1)计算:

$$\rho_1 = \rho_2 \frac{f \times 50}{V_1} \quad \dots \dots \dots (1)$$

式中:

ρ_2 ——从铜校准曲线中查得铜含量的数值,单位为毫克每升(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_1 ——所取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

50——测定时试液稀释后的溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

9.1.3.2 垢样中铜含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho_{\text{试}} - \rho_{\text{空}})V \times 10^{-3}}{1\ 000m_0} \times 100 \quad \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$\rho_{\text{试}}$ ——从校准曲线查得试样溶液 A 中铜含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_{\text{空}}$ ——从校准曲线查得空白溶液中铜含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V——试样溶液 A 体积的数值,单位为毫升(mL)。

9.1.4 允许差

实验室之间分析结果差值,水样中铜含量应不大于表 1 所列允许值,垢样中铜含量应不大于表 2 所列允许值。

表 1

| 水样中铜含量(ρ_1)/(mg/L) | 室间允许差/(mg/L) |
|---------------------------|--------------|
| $\rho_1 \leq 1.0$ | ≤ 0.03 |
| $1.0 < \rho_1 \leq 5.0$ | ≤ 0.05 |
| $5.0 < \rho_1 \leq 10.0$ | ≤ 0.10 |

表 2

| 垢样中铜含量(w_1)/% | 室间允许差/% |
|-----------------------|---------------------|
| $w_1 \leq 0.05$ | ≤ 0.005 |
| $0.05 < w_1 \leq 1.0$ | ≤ 0.10 |
| $1.0 < w_1 \leq 10.0$ | $\leq 0.1 \sim 0.5$ |

9.2 工业循环冷却水及水垢中锌含量的测定

9.2.1 校准曲线的绘制

移取锌标准溶液 II 0.0 mL(空白)、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此标准系列含锌量为 0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L。在仪器的最佳条件下,于波长 213.9 nm 处,以空白调零,测定其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的锌含量(mg/L)为横坐标,绘制出校准曲线。

9.2.2 测定

9.2.2.1 水样的测定

移取适量试样溶液(8.1),放入 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.7)稀释至刻度,摇匀。按校准曲线的制作中同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从校准曲线中查出相对应的锌含量(mg/L)。

水样中锌含量若超过校准曲线范围,可稀释后测定。

9.2.2.2 垢样的测定

按校准曲线制作中同等的仪器条件,以水调零测定试样溶液 A 和空白溶液的吸光度,从校准曲线中查出相对应的锌含量(mg/L),进行计算。

试样溶液中锌含量若超过校准曲线范围,可稀释后测定。

9.2.3 结果计算

9.2.3.1 水样中锌含量以质量浓度 ρ_3 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(3)计算:

$$\rho_3 = \rho_4 \frac{f \times 50}{V_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ_4 ——从锌校准曲线中查得锌浓度的数值,单位为毫克每升(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_2 ——所取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

50——测定时试液稀释后的溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

9.2.3.2 垢样中锌含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho_{\text{试}}' - \rho_{\text{空}}')V \times 10^{-3}}{1\ 000m_0} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho_{\text{试}}'$ ——从校准曲线查得试样溶液中锌含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_{\text{空}}'$ ——从校准曲线查得空白溶液中锌含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——试样溶液 A 体积的数值,单位为毫升(mL)。

9.2.4 允许差

实验室之间分析结果差值,水样中锌含量应不大于表 3 所列允许值,垢样中锌含量应不大于表 4 所列允许值。

表 3

| 水样中锌含量(ρ_2)/(mg/L) | 室间允许差/(mg/L) |
|---------------------------|--------------|
| $\rho_2 \leq 1.0$ | ≤ 0.05 |
| $1.0 < \rho_2 \leq 10$ | ≤ 0.1 |
| $10 < \rho_2 \leq 20$ | ≤ 0.5 |

表 4

| 垢样中锌含量(w_2)/% | 室间允许差/% |
|----------------------|-------------|
| $w_2 \leq 0.1$ | ≤ 0.01 |
| $0.1 < w_2 \leq 1.0$ | ≤ 0.05 |
| $1.0 < w_2 \leq 10$ | ≤ 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 0.5 MPa 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,噪声增大。