

中华人民共和国水利电力部

火力发电厂 水、汽试验方法

(一九八四年)



水利电力出版社

82778

中华人民共和国水利电力部
火力发电厂水、汽试验方法
(一九八四年)

*

水利电力出版社出版、发行

(北京三里河路6号)

水利电力出版社印刷厂印刷

*

850×1168毫米 32开本 9.5印张 252千字
1985年6月第一版 1988年8月北京第三次印刷
印数31621—35670册 定价2.70元
ISBN 7-120-00459-X/TK·76

中华人民共和国水利电力部

火力发电厂 水汽试验方法

(一九八四年)

水利电力出版社

中华人民共和国水利电力部

关于颁发《电力系统油质试验方法》和
《火力发电厂水、汽试验方法》的通知

(84)水电生字第52号

一九七八年我部制定的《火力发电厂水、汽试验方法》和《电力系统油质试验方法》(简称原《方法》),对加强化学监督,保证发供电设备的安全经济运行起到了应有的作用。随着发电机组和输电线路参数和容量的不断提高,对化学监督工作提出了新的要求,同时,试验方法本身的改进,也需要对原《方法》进行修订。现将修订后的《火力发电厂水、汽试验方法》(一九八四年)和《电力系统油质试验方法》(一九八四年)颁发执行,原《方法》(一九七八年)同时作废。

试验方法是化学监督的基础,要认真执行这两个试验方法,并不断完善和提高。执行中,如有修改意见,请随时函告水利电力部西安热工所。

一九八四年七月

目 录

SS-1-1-84	总则和一般规定	1
SS-2-1-84	水、汽样品的采集	7
SS-3-1-84	全固体的测定	11
SS-3-2-84	悬浮固体的测定	14
SS-3-3-84	溶解固体和灼烧减少固体的测定	17
SS-4-1-84	电导率的测定	20
SS-5-1-84	pH的测定 (pH电极法)	25
SS-5-2-84	pH的测定 (比色法)	29
SS-6-1-84	全硅的测定 (重量法)	33
SS-6-2-84	全硅的测定 (氢氟酸转化分光光度法)	35
SS-6-3-84	微量硅的测定 (硅酸根分析仪测定法)	42
SS-6-4-84	活性硅的测定 (钼蓝比色法)	47
SS-7-1-84	铁铝氧化物的测定 (重量法)	50
SS-8-1-84	钙的测定 (重量法)	52
SS-8-2-84	钙的测定 (EDTA滴定法)	54
SS-9-1-84	镁的测定 (重量法)	57
SS-10-1-84	氯化物的测定 (硝酸银容量法)	59
SS-10-2-84	氯化物的测定 (pCl ⁻ 电极法)	62
SS-11-1-84	铝的测定 (分光光度法)	67
SS-12-1-84	碱度的测定 (容量法)	71
SS-13-1-84	酸度的测定 (容量法)	74
SS-14-1-84	硬度的测定 (EDTA滴定法)	76
SS-15-1-84	硫酸盐的测定 (重量法)	81
SS-15-2-84	硫酸盐的测定 (分光光度法)	83
SS-16-1-84	磷酸盐的测定 (磷钒钼黄分光光度法)	86

SS-16-2-84	磷酸盐的测定(磷钼蓝比色法)	89
SS-16-3-84	聚磷酸盐的测定(磷钼蓝比色法)	91
SS-17-1-84	铜的测定(锌试剂分光光度法)	93
SS-17-2-84	铜的测定(双环己酮草酰二脲分光光度法)	97
SS-18-1-84	铁的测定(磺基水杨酸分光光度法)	100
SS-18-2-84	铁的测定(邻菲罗啉分光光度法)	103
SS-19-1-84	氨的测定(容量法)	106
SS-19-2-84	氨的测定(纳氏试剂分光光度法)	108
SS-20-1-84	联氨的测定(容量法)	111
SS-20-2-84	联氨的测定(对二甲氨基苯甲醛法)	113
SS-21-1-84	溶解氧的测定(两瓶法)	115
SS-21-2-84	溶解氧的测定(靛蓝二磺酸钠比色法)	118
SS-21-3-84	溶解氧的测定(银锌内电解法)	124
SS-21-4-84	溶解氧的测定(靛蓝二磺酸钠 葡萄糖比色法)	128
SS-22-1-84	钠的测定(pNa电极法)	134
SS-23-1-84	游离二氧化碳的测定(直接法)	142
SS-23-2-84	游离二氧化碳的测定(固定法)	144
SS-24-1-84	硝酸盐的测定(水杨酸比色法)	147
SS-24-2-84	硝酸盐的测定(苯酚磺酸比色法)	149
SS-25-1-84	亚硝酸盐的测定(格里斯试剂分光光度法)	153
SS-26-1-84	亚硫酸盐的测定(碘量法)	156
SS-26-2-84	亚硫酸盐的测定(盐基品红分光光度法)	158
SS-27-1-84	残余氯的测定(比色法)	161
SS-28-1-84	硫化氢的测定(比色法)	164
SS-29-1-84	腐植酸盐的测定(容量法)	167
SS-30-1-84	化学耗氧量的测定(重铬酸钾快速法)	169
SS-30-2-84	化学耗氧量的测定(重铬酸钾法)	172
SS-30-3-84	化学耗氧量的测定(高锰酸钾法)	175
SS-31-1-84	安定性指数的测定	179

SS-32-1-84	微量油的测定(紫外分光光度法)	182
SS-32-2-84	油的测定(重量法)	185
SS-33-1-84	硫酸铝凝聚剂量的测定(碱度差法)	188
SS-33-2-84	硫酸盐凝聚剂量的测定(氢离子交换法)	190
SS-34-1-84	水质全分析结果的校核	192

参考方法

SS-C-1-84	浊度的测定(分光光度法)	201
SS-C-2-84	氯化物的测定(硝酸汞容量法)	204
SS-C-3-84	亚铁的测定(邻菲罗啉分光光度法)	207
SS-C-4-84	悬浮状铁的组成分析	210
SS-C-5-84	有机物的测定(紫外吸收法)	214
SS-C-6-84	硝酸盐的测定(靛蓝二磺酸钠比色法)	216
SS-C-7-84	铜的测定(新铜试剂比色法)	219
SS-C-8-84	铜的测定(铜试剂萃取比色法)	222
SS-C-9-84	透明度的测定(十字法)	225

附 录

附录 1	酸、碱标准溶液的配制与标定	227
附录 2	乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的 配制与标定	231
附录 3	高锰酸钾标准溶液的配制与标定	233
附录 4	硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	235
附录 5	碘标准溶液的配制与标定	237
附录 6	试验室用离子交换树脂的准备和高纯水的制备	239
附录 7	器皿的洗涤	242
附录 8	常用粘合剂	244

附 表

附表 1	某些酸和碱在水溶液中的电离常数	250
附表 2	常用酸碱试剂的浓度及密度	253
附表 3	化学式量表	268
附表 4	各种溶液浓度相互换算公式表	288

附表 5	常见化合物的俗名及其主要化学成分	289
附表 6	市售的几种酸、氨水的近似密度和浓度	294
附表 7	计量单位符号的外文全称及中文名	295
附表 8	国际原子量表	297

SS-1-1-84

总则和一般规定

1 总 则

1.1 《火力发电厂水、汽试验方法》(以下简称《方法》),供火力发电厂进行水汽质量监督或测试时使用。根据《火力发电厂水、汽监督规程》和测试的具体要求,各厂可结合具体条件进行选用。

1.2 试验室应具有化学分析的一般仪器和设备,如分析天平、分光光度计、电导仪、pH、pNa、pX计等和常用的玻璃仪器以及电炉、高温炉、电热板、烘箱、水浴锅、计算器、冰箱等设备。此外,还应有良好的通风设备(如通风厨)和所需等级的化学药品,并备有各类分析记录的专用档案柜。

1.3 为了保证分析数据的质量,使用《方法》的人员应掌握各分析方法的基本原理和基本操作技能,并对所测试的结果能进行计算和初步审核。

1.4 对使用的贵重精密仪器或进行痕量分析(ppb级)时,为了保证仪器的灵敏度和分析数据的可靠性,必须采取防尘、防震、防止酸、碱气体腐蚀的有效措施。

1.5 使用对人体有害的药品(例如汞、氢氟酸及有毒害的有机试剂等)时,应采取必要的防护和保健措施。

2 一 般 规 定

2.1 仪器校正:为了保证分析结果的准确性,对分析天平、砝码,应定期(1~2年)进行校正;对分光光度计等分析仪器,

应根据说明书进行校正；对容量仪器，如：滴定管、移液管、容量瓶等，可根据试验的要求进行校正。

2.2 空白试验：《方法》的空白试验有两种：（1）在一般测定中，为提高分析结果的准确度，以空白水代替水样，用测定水样的方法和步骤进行测定，其测定值称为空白值。然后，对水样测定结果进行空白值校正。（2）在微量成分比色分析中，为校正空白水中待测成分含量，需要进行单倍试剂和双倍试剂的空白试验。单倍试剂空白试验，与一般空白试验相同。双倍试剂空白试验是指试剂加入量为测定水样所用试剂量的2倍，测定方法和步骤均与测定水样相同。根据单、双倍试剂空白试验结果，可求出空白水中待测成分的含量，对水样测定结果进行空白值校正。

2.3 空白水质量：在《方法》中的“空白水”是指用来配制试剂和作空白试验用的水，如蒸馏水、除盐水、高纯水等。对空白水的质量要求规定如下：

空白水名称	质量要求
蒸馏水	电导率 $<3\mu\text{S}/\text{cm}(25^{\circ}\text{C})$
除盐水	电导率 $<1\mu\text{S}/\text{cm}(25^{\circ}\text{C})$
高纯水	电导率(混床出口, 25°C) $<0.2\mu\text{S}/\text{cm}$ $\text{Cu, Fe, Na}<3\mu\text{g}/\text{l}$ $\text{SiO}_2<3\mu\text{g}/\text{l}$

2.4 干燥器：干燥器内一般用氯化钙或变色硅胶作干燥剂。当氯化钙干燥剂表面有潮湿现象或变色硅胶颜色变红时，表明干燥剂失效，应进行更换。

2.5 蒸发浓缩：当溶液的浓度较低时，可取一定量溶液先在低温电炉上或电热板上进行蒸发，浓缩至体积较小后，再移至水浴锅里进行蒸发。在蒸发过程中，应注意防尘和爆沸溅出。

2.6 灰化：在重量分析中，沉淀物进行灼烧前，必须在电炉上将滤纸彻底灰化后，方可移入高温炉灼烧。在灰化过程中应注意（1）不得有着火现象发生；（2）必须盖上坩埚盖，但为了有足够的氧气进入坩埚，坩埚盖不应盖严。

2.7 恒重：《方法》规定的恒重是指在灼烧（烘干）和冷却条件相同的情况下，最后两次称量之差不大于0.4mg。如方法中另有规定者，不在此限。

2.8 试剂纯度：在《方法》中若无特殊指明者均用分析纯（A·R）或化学纯（C·P）试剂。标定溶液浓度时，基准物质应是保证试剂或一级试剂（优级纯）。当试剂不合要求时，可将试剂提纯使用或采用更高级别的试剂。

2.9 试剂配制：《方法》所用试剂的配制除有明确规定者外，均为水溶液。

2.10 试剂加入量：在《方法》中，试剂的加入量一般均以毫升数表示，如以滴数表示，均应按每20滴相当于1ml来计算。

2.11 标准溶液标定：标准溶液的标定一般应取两份或两份以上试样进行平行试验，当平行试验的相对偏差在 $\pm 0.2 \sim 0.4\%$ 以内时，才能取平均值计算其浓度。

2.12 工作曲线的制作和校核：用分光光度法测定水样时，应测定五个以上标准溶液的吸光度值才能制作工作曲线。有条件时应使用计算器对数据进行回归处理，可以提高工作曲线的可靠性。工作曲线视测定要求，应定期校核。一般可配制1~3个标准溶液，对工作曲线校核后再进行水样测定。

2.13 溶液浓度表示方法：

2.13.1 百分浓度：

1) 重量百分浓度。重量百分浓度是指在100g溶液中所含溶质的克数，符号为%。

2) 重容百分浓度。重容百分浓度是指在100ml溶液中所含溶质的克数，符号为%（重/容）。这种浓度的表示方法，通常适用于溶质为固体时溶液的配制。但溶液以指示剂称呼者，其浓度则不标注（重/容）。

2.13.2 体积比浓度。体积比浓度是指液体试剂与溶剂按 $x + y$ 的体积关系配制溶液，符号为 $(x + y)$ 。如硫酸溶液（1 + 3）是指1体积的浓硫酸与3体积的水混合而成的硫酸溶液。

2.13.3 摩尔^①浓度：摩尔浓度是指在1l溶液中所含溶质的摩尔数，符号为M。

2.13.4 当量浓度：当量浓度是指在1l溶液中所含溶质的克当量数，符号为N。

2.13.5 滴定度：滴定度是指在1ml溶液中所含相当于待测成分的重量，符号为T。通常用mg/ml（毫克/毫升）或 $\mu\text{g/ml}$ （微克/毫升）表示。

2.13.6 市售试剂的浓度：《方法》中使用的市售试剂均称为浓某酸、浓氨水。其浓度和密度(kg/m^3)应符合附表6的规定。

2.14 表示测定结果的单位：表示测定结果的单位应采用法定单位，符合《火力发电厂水、汽监督规程》的规定。如《规程》中没有规定，则应符合通常习惯的表示方法。

2.15 有效数字：分析工作中的有效数字是指该分析方法实际能测定的数字，因此，分析结果应正确地使用有效数字来表示。

3 水分析的代表符号和使用单位

《方法》的分析项目、代表符号以及使用单位，均汇总于表1-1-1中。

① 法定单位规定物质的量的单位为摩尔(mol)。其定义为：

- a) 摩尔是一系统的物质的量，该系统中所包含的基本单元数与0.012千克碳-12的原子数目相等。
- b) 在使用摩尔时，基本单元应予指明，可以是原子、分子、离子、电子及其他粒子，或是这些粒子的特定组合。

表 1-1-1

水质分析项目、代表符号、单位

项 目	符 号 ①	单 位 ②	
		中 文	法 定 单 位
全 固 体	QC	毫克/升	mg/l
悬浮固体	XG	毫克/升	mg/l
溶解固体	RG	毫克/升	mg/l
灼烧减少固体	SG	毫克/升	mg/l
电 导 率	DD	微西/厘米	$\mu\text{S}/\text{cm}$
pH	pH	—	—
硅	SiO_2	毫克/升, 微克/升	mg/l, $\mu\text{g}/\text{l}$
铁 铝 氧化物	R_2O_3	毫克/升	mg/l
钙	Ca	毫克/升	mg/l
硬 度	YD	毫克当量/升, 微克当量/升	—
镁	Mg	毫克/升	mg/l
氯 化 物	Cl^-	毫克/升	mg/l
铝	Al	毫克/升	mg/l
酸 度	SD	毫克当量/升	—
碱 度	JD	毫克当量/升, 微克当量/升	—
硫 酸 盐	SO_4^{2-}	毫克/升	mg/l
磷 酸 盐	PO_4^{3-}	毫克/升	mg/l
铜	Cu	微克/升	$\mu\text{g}/\text{l}$
铁	Fe	微克/升	$\mu\text{g}/\text{l}$
氨	NH_3	毫克/升	mg/l
联 氨	N_2H_4	毫克/升, 微克/升	mg/l, $\mu\text{g}/\text{l}$
溶 解 氧	O_2	微克/升	$\mu\text{g}/\text{l}$
铂	Na	微克/升	$\mu\text{g}/\text{l}$
游离二氧化碳	CO_2	毫克/升	mg/l
硝 酸 盐	NO_3^-	毫克/升	mg/l
亚硝酸盐	NO_2^-	毫克/升	mg/l
游 离 氯	Cl_2	毫克/升	mg/l
硫 化 氢	H_2S	毫克/升	mg/l
腐植酸盐	FY	毫克当量/升	—
化学耗氧量	CO _D	毫克/升	mg/l
安 定 性	AN	—	—
透 明 度	TD	厘米	cm
硫酸盐凝聚剂	LN	毫克当量/升	—

续表

项 目	符 号 ①	单 位 ②	
		中 文	法 定 单 位
浊 度	ZD	福马胨单位	—
	Y	毫克/升	mg/l

① 各分析项目的代表符号,是根据如下的原则确定的:

a) 用元素符号或化学式表示;

b) 用国际通用的符号表示,如pH、COD等;

c) 不属于前两项的符号,系采用分析项目的汉语名称中,两个有代表意义的字的汉语拼音的头一个字母表示,如全固体,其汉语拼音为[QuǎN-Gù-Ti]采用“全”字[QuǎN]和“固”字[Gù]的头一个字母“QG”表示。

② 毫克当量、微克当量、当量浓度等都不在法定单位制之内,但因当量的概念在容量分析中广泛应用,为使用人员阅读方便,《方法》中还沿用这些单位。

SS-2-1-84	水、汽样品的采集
------------------	-----------------

水、汽样品的采集（包括运送和保管）是保证分析结果准确性极为重要的一个步骤。必须使用设计合适的取样器，选择有代表性的取样点，并严格遵守有关采样、运送和保管的规定，才能获得符合要求的样品。现将有关事项规定如下。

1 取 样 装 置

1.1 取样器的安装和取样点的布置，应根据机炉的类型、参数、水汽监督的要求（或试验要求），进行设计、制造、安装和布置，以保证采集的水、汽样品有充分的代表性。

1.2 除低压锅炉外，除氧水、给水和蒸汽的取样管，均应采用不锈钢管制造。

1.3 除氧水、给水、炉水、蒸汽和疏水的取样装置，必须安装冷却器。取样冷却器应有足够的冷却面积，并接在能连续供给足够冷却水量的水源上，以保证水样流量在500~700ml/min时，水样温度仍低于30~40℃。在有条件的情况下可采用纯水做冷却水，以保证取样冷却器具有良好的换热效率。

1.4 取样冷却器应定期检修和清除水垢。机炉大修时，应安排检修取样器和所属阀门。

1.5 取样管道应定期冲洗（至少每周一次）；作系统查定取样前要冲洗有关取样管道，并适当延长冲洗时间。冲洗后水样流量调至500~700ml/min，待稳定后方可取样，以确保样品有充分的代表性。

1.6 测定溶解氧的除氧水和汽机凝结水，其取样门的盘根和管路应严密不漏空气。

2 水样的采集方法

2.1 采集接有取样冷却器的水样时，应调节取样阀门开度，使水样流量在500~700ml/min，并保持流速稳定，同时调节冷却水量，使水样温度为30~40℃。蒸汽样品的采集，应根据设计流速取样。

2.2 给水、炉水和蒸汽样品，原则上应保持常流。采集其他水样时，应先把管道中的积水放尽并冲洗后方能取样。

2.3 盛水样的容器（采样瓶）必须是硬质玻璃瓶或塑料制品（测定硅或微量成分分析的样品，必须使用塑料容器）。采样前，应先将采样瓶彻底清洗干净，采样时再用水样冲洗三次（方法中另有规定者除外），才能收集样品。采样后应迅速盖上瓶塞。

2.4 在生水管路上取样时，应在生水泵出口处或生水流动部位取样；采集井水样品时，应在水面下50cm处取样；采集城市自来水样时，应先冲洗管道5~10min后再取样；采集江、河、湖和泉中的地表水样时，应将采样瓶浸入水面下50cm处取样，并且在不同地点分别采集，以保证水样有充分的代表性。江、河、湖和泉的水样，受气候、雨量等的变化影响很大，采样时应注明这些条件。

2.5 所采集水样的数量应满足试验和复核的需要。供全分析用的水样不得少于5l，若水样浑浊时应分装两瓶，每瓶2.5l左右。供单项分析用的水样不得少于0.3l。

2.6 采集现场监督控制试验的水样，一般应使用固定的取样瓶。采集供全分析用的水样应粘贴标签，注明：水样名称、采样人姓名、采样地点、时间、温度以及其他情况（如气候条件等）。

2.7 测定水中某些不稳定成分（如溶解氧、游离二氧化碳等）时，应在现场取样测定，采样方法应按各测定方法中的规定进行。采集测定铜、铁、铝等的水样时，采样方法应按照各测定

方法中的要求进行。

3 水样的存放与运送

水样在放置过程中,由于种种原因,水样中某些成分的含量可能发生很大的变化。原则上说,水样采集后应及时化验,存放与运送时间应尽量缩短。有些项目必须在现场取样测定,有些项目则可以取样后在试验室内测定。如需要运送到外地分析的水样,应注意妥善保管与运送。

3.1 水样的存放时间。水样采集后其成分受水样的性质、温度、保存条件的影响有很大的改变。此外,不同的测定项目,对水样可以存放时间的要求也有很大差异。所以水样可以存放的时间很难绝对规定,根据一般经验,表2-1-1所列时间可作为参考。

表 2-1-1 水 样 可 以 存 放 的 时 间

水 样 种 类	可 存 放 时 间 (h)
未受污染的水	72
受污染的水	12~24

3.2 水样存放与运送时,应检查水样瓶是否封闭严密。水样瓶应放在不受日光直接照射的阴凉处。

3.3 水样在运送途中,冬季应防冻、夏季应防晒晒。

3.4 化验经过存放或运送的水样,应在报告中注明存放的时间和温度条件。

4 水质全分析的工作步骤

水质全分析时,应做好分析前的准备工作。根据试验的要求和测定项目,选择适当的分析方法、准备分析用的仪器和试剂,然后再进行分析测定。测定时应注意下列事项: