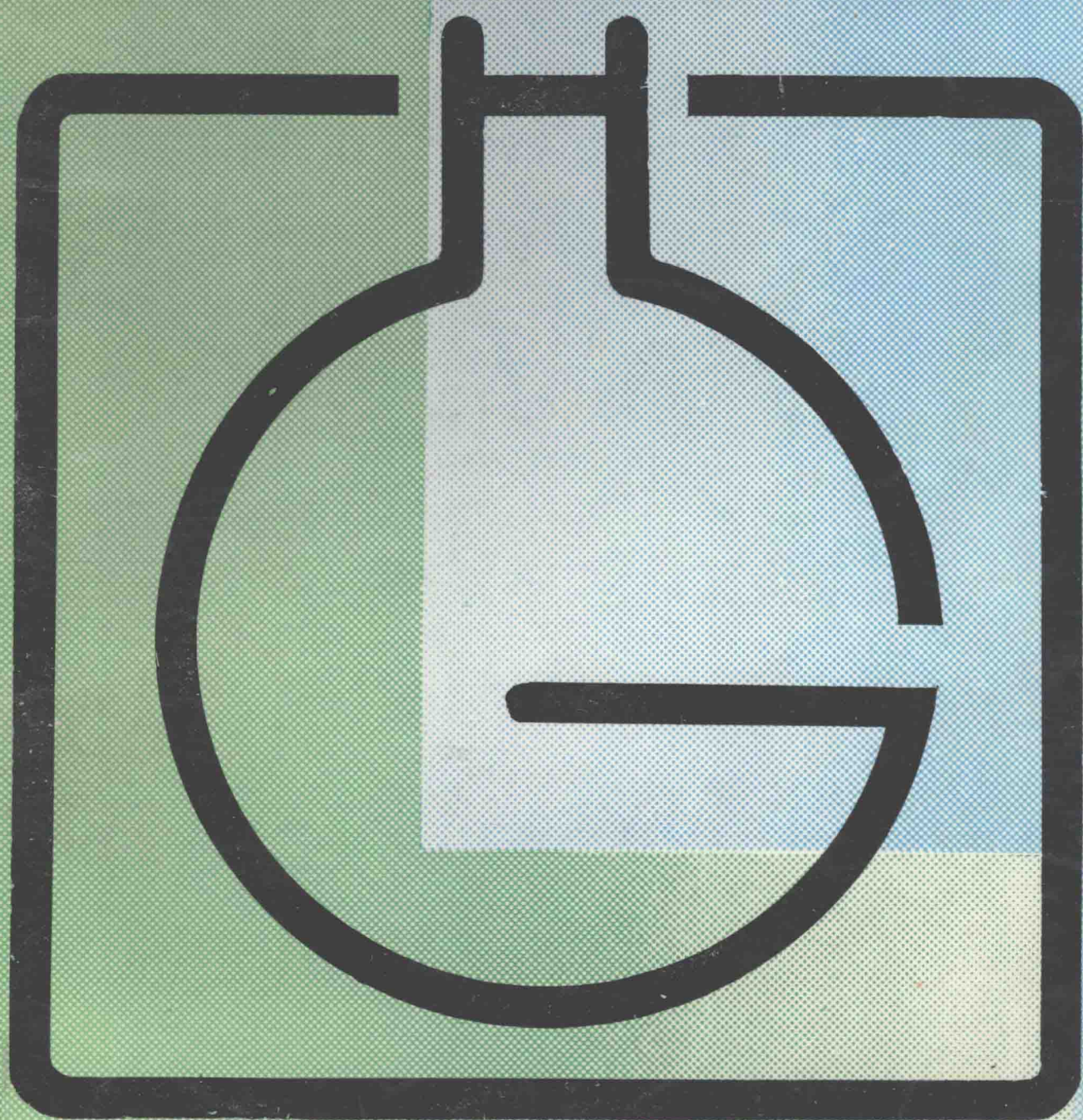


化学工业标准汇编

1996

水处理剂



化学工业标准汇编

水处理剂

1996

中国标准出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工业标准汇编：水处理剂 1996/中国标准出版社
·编. —北京：中国标准出版社，1997. 1
ISBN 7-5066-1345-X

I. 化… II. 中… III. ①化学工业-标准-中国-汇编②
水处理-处理剂-标准-中国-汇编-1996 IV. TQ-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (96) 第 21540 号

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 26¼ 字数 832 千字

1997 年 4 月第一版 1997 年 4 月第一次印刷

*

印数 1—2 000 定价 57.00 元

*

标 目 304—03

出版说明

化学工业是国民经济的基础工业,化工标准化是化学工业高速发展和实现现代化管理的重要手段。为了深入贯彻落实《中华人民共和国标准化法》,加强化学工业标准化工作,提高化工产品质量;为了适应不断发展的社会主义市场经济形势,推动清理整顿后的化工标准的贯彻实施;为了满足化工企业及其他行业对化工标准的迫切需要,我们组织编辑了一套《化学工业标准汇编》,将分册出版发行。

我社曾于1985年先后分册出版过一套《化学工业标准汇编》。近年来,化工标准化事业发展迅速,增加了大量新制订的标准。1990~1994年化工部对现行化工标准进行清理整顿后,化工标准发生了很大的变化——对部分标准提出了修订意见;部分国家标准调整为行业标准;部分强制性标准确定为推荐性标准;部分国家标准被废止。因此,原有的汇编本已不能适应上述情况的变化。

新编的这套《化学工业标准汇编》,汇集了由国家技术监督局和化学工业部批准发布的全部化工现行国家标准、行业标准和专业标准,计划以最快的速度陆续分册出版。其内容包括:化工综合(化工基础标准、通用方法标准、术语标准等),无机化工,有机化工,涂料与颜料,塑料与塑料制品,化学试剂,橡胶物理和化学试验方法,橡胶原材料,轮胎、轮辋、气门嘴,炭黑,胶管、胶带、胶布,橡胶密封制品和其他橡胶制品,染料及染料中间体,农药,化肥,食品添加剂,工业气体与化学气体,水处理剂,化学助剂,胶粘剂等。

本套汇编可取代我社原拟定出版的《中国国家标准分类汇编》的化工卷。在内容方面除收入全部化工国家标准外,还收入了化工行业标准和专业标准;在编排方法上,考虑到行业特点,将关系密切的标准尽量安排在一个分册里。因而其内容更加全面充实,更便于读者查阅和使用。

本套汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位乃至技术术语不尽相同。这次汇编时,只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

本册《化学工业标准汇编 水处理剂 1996》,汇集了截止1995年12月底批准发布的全部现行水处理剂标准87项,其中国家标准36项,行业标准45项,专业标准6项。

本汇编目录中,凡注有“*”者,均表示该标准已改为推荐性标准;注有“**”者,表示该国家标准已调整为行业标准。

由于编者的水平和时间有限,书中不当之处,请读者批评指正。

中国标准出版社

1996年7月

目 录

水处理剂综合

GB/T 13689—92	工业循环冷却水中铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法	(3)
GB/T 14636—93	工业循环冷却水中钙含量的测定 原子吸收光谱法	(8)
GB/T 14637.1—93	工业循环冷却水中锌含量的测定 原子吸收光谱法	(12)
GB/T 14637.2—93	工业循环冷却水水垢中锌的测定 原子吸收光谱法	(15)
GB/T 14638.1—93	工业循环冷却水中铜含量的测定 原子吸收光谱法	(18)
GB/T 14638.2—93	工业循环冷却水水垢中铜的测定 原子吸收光谱法	(21)
GB/T 14639—93	工业循环冷却水中镁含量的测定 原子吸收光谱法	(24)
GB/T 14640—93	工业循环冷却水中钾含量的测定 原子吸收光谱法	(28)
GB/T 14641—93	工业循环冷却水中钠含量的测定 原子吸收光谱法	(32)
GB/T 14642—93	工业循环冷却水及锅炉水中氟、氯、磷酸根、亚硝酸根、硝酸根和硫酸根的测定 离子色谱法	(37)
GB/T 14643.1—93	工业循环冷却水中粘液形成菌的测定 平皿计数法	(43)
GB/T 14643.2—93	工业循环冷却水中土壤菌群的测定 平皿计数法	(48)
GB/T 14643.3—93	工业循环冷却水中粘泥真菌的测定 平皿计数法	(53)
GB/T 14643.4—93	工业循环冷却水中土壤真菌的测定 平皿计数法	(58)
GB/T 14643.5—93	工业循环冷却水中硫酸盐还原菌的测定 MPN 法	(62)
GB/T 14643.6—93	工业循环冷却水中铁细菌的测定 MPN 法	(69)
GB/T 15451—95	工业循环冷却水中碱度的测定	(76)
GB/T 15452—95	工业循环冷却水中钙、镁离子的测定 EDTA 滴定法	(79)
GB/T 15453—95	工业循环冷却水中氯离子的测定 硝酸银滴定法	(82)
GB/T 15454—95	工业循环冷却水中钠、铵、钾、镁和钙离子的测定 离子色谱法	(85)
GB/T 15455—95	工业循环冷却水中溶解氧的测定 碘量法	(91)
GB/T 15456—95	工业循环冷却水中需氧量(COD)的测定 高锰酸钾法	(94)
GB/T 15893.1—1995	工业循环冷却水中浊度的测定 散射光法	(97)
GB/T 15893.2—1995	工业循环冷却水中 PH 值的测定 电位法	(99)
GB/T 15893.3—1995	工业循环冷却水中硫酸盐的测定 重量法	(102)
GB/T 15893.4—1995	工业循环冷却水中溶解性固体的测定 重量法	(104)
HG 2022—91*	工业循环冷却水中游离氯和总氯的测定 N,N-二乙基-1,4-苯二胺滴定法	(106)
HG/T 2023—91	工业循环冷却水中游离氯和总氯的测定 N,N-二乙基-1,4-苯二胺分光光度法	(110)
HG/T 2024—91	水处理药剂阻垢性能测定方法 鼓泡法	(114)
HG/T 2156—91	工业循环冷却水中阴离子表面活性剂的测定——亚甲蓝分光光度法	(118)
HG/T 2157—91	工业循环冷却水中铵的测定 电位法	(121)
HG/T 2158—91	工业循环冷却水中铵的测定 蒸馏和滴定法	(125)
HG/T 2159—91	水处理剂缓蚀性能的测定 旋转挂片法	(129)

HG/T 2160—91	冷却水动态模拟试验方法	(134)
ZB G 76 001—90*	工业循环冷却水中铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	(146)
ZB G 76 002—90*	工业循环冷却水中磷含量的测定 钼酸铵分光光度法	(149)
HG 5—1501—85*	工业循环冷却水中 pH 值测定方法	(155)
HG 5—1502—85*	工业循环冷却水中碱度测定方法	(157)
HG 5—1503—85*	工业循环冷却水浊度测定方法	(161)
HG 5—1504—85*	工业循环冷却水中溶解性固体测定方法	(163)
HG 5—1506—85*	工业循环冷却水中钙离子测定方法	(165)
HG 5—1507—85*	工业循环冷却水中镁离子测定方法	(167)
HG 5—1508—85*	工业循环冷却水中二氧化硅测定方法	(169)
HG 5—1509—85*	工业循环冷却水中亚硝酸根离子测定方法	(172)
HG 5—1516—85*	工业循环冷却水中二氯酚(DDM)残存量测定方法	(176)
HG 5—1518—85*	工业循环冷却水中巯基苯骈噻唑测定方法	(179)
HG 5—1519—85*	工业循环冷却水中苯骈三氮唑测定方法	(181)
HG 5—1520—85*	工业循环冷却水中化学耗氧量测定方法	(183)
HG 5—1521—85*	工业循环冷却水磷锌预膜液中钙离子测定方法	(185)
HG 5—1524—85*	工业循环冷却水磷系复合抑制剂中乙二胺四甲叉二膦酸(EDTMPA)的测定方法	(187)
HG 5—1525—85*	工业循环冷却水磷系复合抑制剂中羟基乙叉二膦酸(HEDPA)测定方法	(189)
HG 5—1593—85*	工业循环冷却水中铝离子测定方法	(191)
HG 5—1594—85*	工业循环冷却水中硫酸根离子测定方法	(193)
HG 5—1595—85*	工业循环冷却水中硝酸根离子测定方法	(198)
HG 5—1596—85*	工业循环冷却水中油含量测定方法	(202)
HG 5—1597—85*	工业循环冷却水中微量聚丙烯酸和聚马来酸测定方法	(204)
HG 5—1599—85*	工业循环冷却水中季铵盐测定方法	(207)
HG 5—1600—85*	工业循环冷却水污垢和腐蚀产物分析方法规则	(209)
HG 5—1601—85*	工业循环冷却水污垢和腐蚀产物试样的调查、采取和制备	(211)
HG 5—1602—85*	工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中水分含量测定方法	(214)
HG 5—1603—85*	工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫化亚铁含量测定方法	(216)
HG 5—1604—85*	工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中灼烧失重测定方法	(219)
HG 5—1605—85*	工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中酸不溶物、磷、铁、铝、钙、镁、锌、铜含量测定方法	(221)
HG 5—1606—85*	工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫酸盐含量测定方法	(236)
HG 5—1607—85*	工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中二氧化碳含量测定方法	(238)

水 处 理 剂

GB 4482—93	净水剂氯化铁	(243)
GB 10531—89	水处理剂 硫酸亚铁	(253)
GB 10532—89**	水处理剂 六聚偏磷酸钠	(259)
GB 10533—89*	水处理剂 聚丙烯酸	(266)
GB 10534—89**	水处理剂 聚丙烯酸钠	(276)
GB 10535—89*	水处理剂 水解聚马来酸酐	(285)
GB 10536—89**	水处理剂 氨基三甲叉膦酸(固体)	(291)

GB 10537—89**	水处理剂	羟基乙叉二膦酸二钠	(299)
GB 14591—93	净水剂	聚合硫酸铁	(308)
GB 15892—1995	水处理剂	聚合氯化铝	(320)
HG/T 2153—91	水处理剂	聚合硫酸铁	(334)
HG 2227—91	水处理剂	硫酸铝	(340)
HG 2228—91*	水处理剂	多元醇磷酸酯	(346)
HG 2229—91*	水处理剂	马来酸酐-丙烯酸共聚物	(352)
HG 2230—91*	水处理剂	十二烷基二甲基苄基氯化铵	(358)
HG/T 2429—93	水处理剂	丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物	(363)
HG/T 2430—93	水处理剂	阻垢缓蚀剂Ⅱ	(370)
HG/T 2431—93	水处理剂	阻垢缓蚀剂Ⅲ	(375)
ZB G71 002—89*	水处理剂	羟基乙叉二膦酸(HEDPA)	(381)
ZB G71 003—89*	水处理剂	氨基三甲叉膦酸(ATMP)	(391)
ZB G71 004—89*	水处理剂	乙二胺四甲叉膦酸钠(EDTMPS)	(398)
ZB G77 001—90	水处理剂	结晶氯化铝	(407)

注：凡注有标记(*)的标准，已改为推荐性标准。

注：凡注有(**)的标准，已调整为行业标准。

水 处 理 剂 综 合

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法

GB/T 13689—92

Industrial circulating cooling water—
Determination of copper—Sodium diethyldithiocarbamate
spectrophotometric 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铜的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中铜含量 0.02~2.00 mg/L 的测定,也适用于各种工业用水及生活用水中铜的测定。

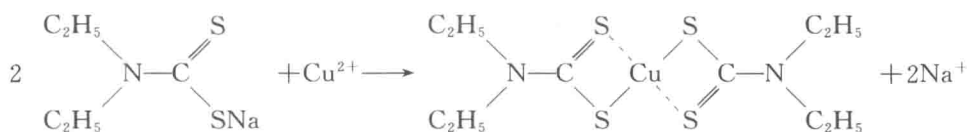
铁、锰、镍和钴也与二乙基二硫代氨基甲酸钠生成有色络合物,干扰铜的测定,本法采用乙二胺四乙酸二钠盐和柠檬酸铵掩蔽消除。

2 引用标准

GB 6682 实验室用水规格

3 方法提要

在氨性溶液中(pH 8~9.5)铜与二乙基二硫代氨基甲酸钠作用生成黄棕色络合物;此络合物可用四氯化碳萃取,在波长 440 nm 处进行测定。



4 试剂和材料

分析方法中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和符合 GB 6682 中三级水规格的水。

4.1 硝酸(GB 626);

4.2 四氯化碳(GB 688);

4.3 氨水(GB 631):1+1 溶液;

4.4 硫酸铜(GB 665);

4.5 乙二胺四乙酸二钠盐(GB 1401)-柠檬酸铵溶液(Ⅰ):称取乙二胺四乙酸二钠盐($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)2.0 g,柠檬酸铵 $[(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7]$ 10.0g,溶于水并稀释至 100 mL,加 4 滴甲酚红溶液(4.12),用氨水溶液(4.3),调至 pH=8~8.5(溶液由黄色变为浅紫色);

4.6 乙二胺四乙酸二钠盐(GB 1401)-柠檬酸铵溶液(Ⅱ):称取乙二胺四乙酸二钠盐 20 g,柠檬酸铵

$[(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7]$ 40 g 溶于水,并稀释至 1 000 mL。

4.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠(GB 10727)溶液:2g/L 溶液。称取 0.2 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NS}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水,并稀释至 100 mL,用棕色瓶贮存,放于暗处可用两星期。

4.8 氨水(GB 631)-氯化铵(GB 658)缓冲溶液($\text{pH} \approx 9.0$):称取氯化铵(NH_4Cl)70 g,溶于适量水中,加氨水 48 mL,稀释至 1 000 mL。

4.9 淀粉溶液:5 g/L 溶液,使用前制备;

4.10 铜标准溶液:1.00 mL 含有 0.100 mg 铜(Cu)。称取硫酸铜(4.4)0.393 0 g 溶于水中,加硝酸(4.1)2.0 mL 移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

4.11 铜标准溶液:1.00 mL 含有 0.005 00 mg 铜(Cu)。取铜标准溶液(4.10)25.0 mL 于 500 mL 容量瓶,加硝酸(4.1)1.0 mL,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

4.12 甲酚红(HG 3—1302)指示液:0.4 g/L 乙醇溶液。

5 仪器

5.1 分光光度计;

5.2 具塞分液漏斗:125 mL,活塞以硅油为润滑剂;

5.3 具塞比色管:50 mL。

6 试样的制备

取样和保存样品应使用预先洗净的聚乙烯或玻璃细口瓶,采样完毕,即刻加硝酸于样品中。每 1 000 mL 样品加入 2.0 mL 硝酸(4.1)摇匀。

7 分析步骤

7.1 标准曲线

分别吸取铜标准溶液(4.11)0.00, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 5.00 mL 于分液漏斗中,加水至 50 mL,加 5.0 mL 乙二胺四乙酸二钠盐-柠檬酸铵溶液(I)(4.5),加 4 滴甲酚红指示液(4.12),用氨水(4.3)调至溶液由红色经黄色变为浅紫色($\text{pH} = 8 \sim 8.5$),加 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(4.7)摇匀,静置 5 min,加 10.0 mL 四氯化碳(4.2)用力振荡 2 min,静置分层后在 1 h 内进行测定。

吸干漏斗颈管内壁的水分后,塞入一小团脱脂棉,弃去最初流出的有机相,然后将有机相移入 10 mm 的吸收池内,在 440 nm 波长处,以四氯化碳为参比,测量吸光度。

将测得的吸光度减去试剂空白吸光度后,与相对应的铜含量绘制标准曲线。

7.2 试样测定

7.2.1 试样预处理

7.2.1.1 对含悬浮物及有机物极少的试样,可取 50.0 mL 酸化后的试样(6)于高型烧杯中,加 2.0 mL 硝酸(4.1),盖上表面皿。于电炉上加热微沸 10 min,冷却。

7.2.1.2 对含悬浮物及有机物较多的试样,可取 50.0 mL 酸化后的试样(6)于高型烧杯中,加 5.0 mL 硝酸(4.1),盖上表面皿。于电炉或电热板上加热消解近干,稍冷,用水冲洗杯壁及表面皿,继续加热消解,蒸至近干,冷却后,加水约 20 mL,加热微沸 3 min,冷却。

7.2.2 测定

将进行预处理后的试样溶液(7.2.1)移入分液漏斗,用水稀释至 50 mL。以下步骤按(7.1)条从“加 5.0 mL 乙二胺四乙酸二钠……”开始,进行操作。

以试样的吸光度减去空白试验的吸光度后,从标准曲线查出相应的铜含量。

7.2.3 空白试验

用 50.0 mL 水代替试样,以下步骤按(7.1)条从“加 5.0 mL 乙二胺四乙酸二钠……”开始,进行操

作。

8 分析结果的表述

以铜离子的质量浓度表示的试样中铜的含量 X (mg/L) 按式(1)计算:

$$X = \frac{m}{V} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m ——由标准曲线查出的铜含量, mg;

V ——试样的体积, mL。

9 允许差

室内及室间的分析结果差值不应大于表 1 所列允许差。

表 1

mg/L

铜含量	室内允许差	室间允许差
0.10 以下	0.005 0	0.010
0.10~0.50	0.040	0.040
0.51~1.00	0.050	0.050
1.01~2.00	0.090	0.090

附录 A

二乙基二硫代氨基甲酸钠直接光度法

(补充件)

A1 引言

本标准适用于含量大于 0.05 mg/L 时,不含悬浮物的工业循环冷却水中铜的测定。

当试样体积为 25 mL,吸收池为 20 mm 时,本方法的最低检出浓度为 0.05mg/L,检出上限为 2.4 mg/L;当试样体积为 10 mL,而将其稀释为 25 mL 时,检出上限可提高到 6.0 mg/L 铜。

A2 方法提要

在氨性溶液中(pH 8~9.5)铜与二乙基二硫代氨基甲酸钠作用生成黄棕色络合物,采用淀粉溶液作稳定剂,直接用水相于波长 440 nm 处测量吸光度。

A3 分析步骤

A3.1 标准曲线绘制

吸取铜标准溶液(4.11) 0.00, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 10.00, 12.00 mL 于 50 mL 具塞比色管中,加水至 25 mL 左右,加入 5.0 mL 乙二胺四乙酸二钠-柠檬酸铵溶液(Ⅱ)(4.6),5.0 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.8),1.0 mL 淀粉溶液(4.9),5.0mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(4.7),用水稀释至 50 mL 刻度,充分摇匀,10 min 后,用 20 mm 吸收池,于波长 440 nm 处,以蒸馏水作参比,测量吸光度。

将测得的吸光度减去试剂空白吸光度后,与相对应的铜含量绘制标准曲线。

A3.2 测定

直接取酸化后的水样(6) 25.0 mL 于 50 mL 比色管中,以下步骤按(A3.1)条从“加入 5.0 mL 乙二胺四乙酸二钠……”开始,进行操作。以试样的吸光度减去试剂空白的吸光度后,从标准曲线上查出相应的铜含量。

A4 分析结果的表述

以铜离子的质量浓度表示的试样中铜的含量 X (mg/L)按式(A1)计算:

$$X = \frac{m}{V} \times 1000 \dots\dots\dots (A1)$$

式中: m ——由标准曲线查出的铜含量,mg;

V ——试样的体积,mL。

A5 允许差

室内及室间的分析结果差值不应大于表 2 所列允许差。

表 2

mg/L

铜含量	室内允许差	室间允许差
0.05~0.10	0.010	0.010
0.11~0.50	0.020	0.030
0.51~1.00	0.030	0.060
1.01~2.00	0.050	0.090
2.01~3.00	0.070	0.20

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。

本标准由南京市化工设计研究所负责起草。

本标准主要起草人冯惠荣、陈玖芳、邱显权。

本标准参照采用日本工业标准 JIS K0102—1986《工业废水分析方法》第 52.1 节“铜的测定”。

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中钙含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14636—93

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

本标准参照采用国际标准 ISO 7980—1986《水质——钙镁的测定——原子吸收光谱法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水中钙的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中钙含量范围为 0.5~75mg/L 的测定,也适用各种工业用水、原水和生活用水中钙含量的测定。

2 引用标准

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

本标准中涉及到的火焰原子吸收光谱分析术语见 GB/T 4470。

4 方法原理

工业循环水样品,经雾化喷入火焰,钙离子被热解为基态原子,以钙共振线 422.7nm 为分析线,以空气-乙炔火焰测定钙原子的吸光度,加入氯化铯或氧化镧可抑制水中各种共存元素及水处理药剂的干扰(见附录 A)。

用一氧化二氮-乙炔火焰测定钙时,加入氯化铯,可抑制钙离子的电离干扰。

5 试剂和材料

本试验所用水应符合 GB/T 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 盐酸 (GB 622)溶液:1+1;

5.3 盐酸 (GB 622)溶液:1+99;

5.4 碳酸钙(高纯);

5.4.1 钙标准溶液 I:称取 105~110℃烘至恒重的高纯碳酸钙(5.4)2.4970g 精确至 0.000 2g,放置 100mL 烧杯中,加入 50mL 水,10mL 盐酸溶液(5.2),溶解后移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,

国家技术监督局 1993-08-06 批准

1994-07-01 实施

摇匀,此溶液 1.00mL 含钙 1.00mg。

5.4.2 钙标准溶液Ⅱ:移取钙标准溶液 I (5.4.1)5.0mL,置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1.00mL 含钙 0.050mg。

5.5 氯化镧溶液(含镧 20g/L):称取 24.0g 氧化镧(La_2O_3),放入 200mL 烧杯中,加入 20mL 水,慢慢加入盐酸(5.1)50mL 溶解,转移至 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

5.6 氯化锶溶液(含锶 50g/L):称取 152.0g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),置于 200mL 烧杯中,加入 20mL 水,加入盐酸(5.1)20mL 溶解,移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

5.7 氯化铯溶液(含铯 20g/L):称取 25.0g 氯化铯(CsCl),置于 100mL 烧杯中,加入盐酸(5.3)50mL 溶解,转移至 1 000mL 容量瓶中,并用盐酸(5.3)稀释至刻度。

6 仪器

原子吸收光谱仪和一般实验室用仪器。

6.1 原子吸收光谱仪,应配有钙空心阴极灯,空气-乙炔预混合燃烧器与氧化亚氮预混合燃烧器、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:在测定循环冷却水样品中,钙的检出限应小于 0.1mg/L。

6.1.2 工作曲线线性:工作曲线上部 20%浓度范围内斜率与下部 20%浓度范围内斜率之比值,应不小于 0.7。

6.1.3 最低精密度要求:工作曲线中最高标准溶液的 10 次吸光度的标准偏差,应不超过平均吸光度的 0.5%。

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 422.7nm,调试灯电流、通带、积分时间、火焰条件,仪器开机点火后需稳定约 5~10min,方能进行测定。

8 测定步骤

8.1 试样的制备

取现场循环冷却水水样约 500mL,加入盐酸(5.1)将水样酸化至 pH 值为 1 左右(每瓶水样加入盐酸溶液(5.2)8.0mL),当水样中悬浮物较多时,可用中速定量滤纸过滤,滤液贮于聚乙烯塑料瓶内(试样可放置 2 周)。

8.2 标准曲线的制作

准确移取钙标准溶液(5.4.2)0.00(空白)、0.50、1.00、2.00、3.00mL,分别置于 50mL 容量瓶中,加入 5.0mL 氯化锶溶液(5.6)或 2.0mL 氯化镧溶液(5.5),用盐酸(5.3)稀释至刻度,摇匀,此标准系列钙的浓度为 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00mg/L,在仪器的最佳条件下,于波长 422.7nm 处,以试剂空白调零测定其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的钙含量 mg/L 为横坐标,绘制出标准曲线。

如选用一氧化二氮-乙炔火焰时,则采用适当的浓度绘制标准曲线;加入 5.0mL 氯化铯溶液(5.7)抑制钙离子的电离干扰。

8.3 试样的测定

用移液管移取 2.0~3.0mL 试样溶液(8.1),放置在 50.0mL 容量瓶中,加入 5.0mL 氯化锶溶液(5.6)或 2.0mL 氯化镧溶液(5.5),用盐酸溶液(5.3)稀释至刻度,摇匀。按标准曲线的制作(8.2)中同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从标准曲线中求得相应的钙含量(mg/L)。

如用一氧化二氮-乙炔火焰时,加入(5.7)氯化铯溶液 5.0mL,用盐酸(5.3)稀释至刻度摇匀,用空白调零,测其吸光度。

8.4 分析结果的表述

以钙离子质量浓度表示的钙含量 $X(\text{mg/L})$ 按式(1)计算:

$$X = \rho \frac{f \cdot 50}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: ρ ——从标准曲线中查得钙的浓度, 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——测定时试液稀释后的溶液总体积, mL 。

9 允许差

实验室之间分析结果差值不应大于表 1 所列允许值。

表 1

mg/L

钙 含 量	允 许 差
<50	≤ 1.0
50~100	≤ 2.0
100~200	≤ 3.0

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 0.5MPa 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。