

水利电力部电力科学研究所編

火力发电厂 水汽試驗方法



中国工业出版社

前 言

自1957年出版“水汽試驗方法試行規程”以来，迄今已八年。通过各地区电业中心試驗所和火力发电厂的广泛使用，在生产和試驗工作中起了一定的作用。随着电力工业的发展，原試驗方法有的已不能滿足水汽化学分析工作的要求，需要加以修訂。1963年12月水利电力部責成前技术改进局（現改为电力科学研究院）組織了水汽試驗方法研究班，总结了各地电业中心試驗所和火力发电厂等单位的經驗，通过試驗研究，对原水汽試驗方法进行了补充修改。于1964年内又收集到一部分意見，对之一并进行了整理。現我电力科学研究院将修訂补充后的水汽試驗方法正式出版，并改名为“火力发电厂水汽試驗方法”，以供各有关单位参考。

这份水汽試驗方法还不够完善，在今后的实践中还需要不断地修訂和提高，各单位在参考这些方法时，希望能結合化学工作革命化的要求，从具体情况出发，根据实际需要进行試驗，讲求实效，防止煩瑣。有关实践中对試驗方法的具体意見，請径送水利电力部电力科学研究院。

水利电力部电力科学研究院

1965年5月

目 录

前 言

S-1. 总則和一般規定	1
S-2. 全固形物的測定(重量法)	5
S-3. 悬浮物的測定(重量法)	8
S-4-1. 溶解固形物和灼燒減量的測定(重量法)	11
S-4-2. 溶解固形物的測定(电导法)	14
S-5. 二氧化硅的測定(重量法)	18
S-6. 鉄鋁氧化物的測定(重量法)	20
S-7-1. 鈣的測定(重量法)	22
S-7-2. 鈣的測定(絡合滴定法)	24
S-8. 鎂的測定(重量法)	27
S-9-1. 氯离子的測定(容量法)	29
S-9-2. 氯离子的測定(比浊法)	32
S-10. 碱度的測定(容量法)	35
S-11. 硬度的測定(絡合滴定法)	39
S-12. 硫酸根的測定(重量法)	44
S-13. 磷酸根的測定(比色法)	46
S-14. 偏磷酸根的測定(比色法)	49
S-15-1. 硅酸根的測定(鉬藍比色法)	51
S-15-2. 硅酸根的測定(萃取比色法)	54
S-16. 銅的測定(萃取比色法)	56
S-17-1. 鉄的測定(磺基水楊酸法)	59
S-17-2. 鉄的測定(邻菲罗啉法)	62

S-18-1. 氨的测定 (容量法)	65
S-18-2. 氨的测定 (比色法)	67
S-19-1. 联胺的测定 (碘滴定法)	71
S-19-2. 联胺的测定 (比色法)	75
S-20-1. 溶解氧的测定 (两瓶法)	78
S-20-2. 溶解氧的测定 (靛胭脂比色法)	82
S-20-3. 溶解氧的测定 (碱性靛胭脂葡萄糖溶液比 色法)	88
S-21. 蒸汽含盐量的测定 (硫酸盐残渣法)	92
S-22. 游离二氧化碳的测定 (容量法)	97
S-23. pH值的测定 (比色法)	100
S-24-1. 硝酸根的测定 (苯酚磺酸法)	103
S-24-2. 硝酸根的测定 (水杨酸法)	107
S-25. 亚硝酸根的测定 (比色法)	110
S-26-1. 亚硫酸盐的测定 (碘滴定法)	112
S-26-2. 亚硫酸盐的测定 (盐基品红比色法)	114
S-27. 活性氯的测定 (比色法)	117
S-28. 硫化氢的测定 (比色法)	120
S-29. 腐植酸盐的测定 (容量法)	123
S-30. 耗氧量的测定 (高锰酸钾法)	125
S-31. 安定度的测定	129
S-32-1. 透明度的测定 (圆环法)	132
S-32-2. 透明度的测定 (十字法)	134
S-33. 硫酸盐凝聚剂量的测定 (氢离子交换法)	136
附录 1 酸碱标准溶液的配制和标定	138
附录 2 乙二胺四醋酸二钠盐标准溶液的配制 与标定	145

VI

附录 3	0.1 <i>N</i> 及 0.01 <i>N</i> 高锰酸钾标准溶液的 配制与标定	148
附录 4	0.1 <i>N</i> 、0.05 <i>N</i> 及 0.01 <i>N</i> 硫代硫酸钠标 准溶液的配制与标定	150
附录 5	0.1 <i>N</i> 及 0.01 <i>N</i> 碘标准溶液的配制与 标定	153
附录 6	pH 比色测定用指示剂和缓冲溶液的 配制	155
附录 7	离子交换剂的处理和实验室用氢离子 交换水、无盐水的制造	161

S-1

总則和一般規定

一、总 則

1. 本試驗方法供火力发电厂进行水汽化学监督时使用。
2. 試驗室应有的一般仪器設備，如烘箱、高温炉、天平、玻璃仪器等，可参考“火力发电厂化学實驗室設備定額”的規定，在本方法中不另作介紹。

二、一 般 規 定

1. 仪器的校正：天平、砝碼、高温計等应經常保持准确，每年至少应校正一次。容量器具均須經過校正，用以量取水样的容量瓶必須作傾出体积的刻度校正。
2. 試剂等級：本方法中无特殊注明者均为二級試剂。
3. 蒸餾水：除在方法中指定的氢离子交換水和无盐水电外，一律为电导率低于3微姆的蒸餾水。
4. 空白試驗：进行空白試驗时，至少应平行做二份試驗，所用的分析方法、試剂的用量，应和样品的測定完全一致。
5. 蒸发浓缩：溶液体积大时，可先在低温电炉或电热板上进行；体积小时必須在水浴上进行。
6. 灰化：沉淀物灼烧前必須預先在电炉上将滤紙彻底灰化，然后方可移入高温炉；灰化时不得有着火的情况发生。
7. 恒重：本方法中有关干燥或灼烧称量至恒重的規定，在一般情况下（称量前冷却条件相同），为最后两次称量之差不大于0.4毫克。方法中另有規定者不在此限。

8.干燥器：除特殊規定外，一般均为无水氯化鈣或变色硅胶干燥器，其干燥剂应定期更換。

9.指示剂滴瓶：所有指示剂滴瓶之滴管，每滴出20滴，应相当于1毫升。

10.溶液：本方法中无特殊規定者，均指水溶液。

11.溶液浓度表示法：

(1)百分浓度：

1)%(重/容)：指100毫升溶液中所含溶质的克数。

2)%(重/重)：指100克溶液中所含溶质的克数。

(2)体积比：如硫酸溶液(1:3)，系指1体积浓硫酸与3体积蒸餾水配成的溶液。

三、样品的采集

1.采样装置：

(1)采样点应具有充分的代表性。

(2)高、中压电厂給水、蒸汽的采样管，应使用不銹鋼管。

(3)除氧水、給水、炉水、蒸汽和疏水的采样装置，必須装有冷却器。

(4)采样冷却器应有足够的冷却面积和連續供給足够的冷却水量，保証采出水样的温度低于30~40°C。

(5)采样冷却器應該定期进行检修，清除水垢，从而保証有可靠的冷却效果。

(6)采样管道应定期冲洗(每昼夜一次)，冲洗后应隔1~2小时后方可取样。

2.采样瓶：

(1)采取一般分析水样，可使用无色透明的硬质玻璃

細口瓶。

(2) 采取分析硅酸化合物的水样，应使用塑料瓶。

3. 水样采集的方法：

(1) 采样前先将采样瓶彻底清洗干净，采样时用水样冲洗采样瓶至少3次（方法中另有规定者除外），采样后迅速将瓶塞盖上。

(2) 采样时水样的流速应保持稳定，其流量应为每分钟500~700毫升，蒸汽样品应根据设计流速采集。

(3) 给水、炉水和蒸汽的样品，应保持常流，其他水样在采集前，应先把管道中的积水放尽后方能采集。

(4) 采集河、湖表面水样时，应将采样瓶浸入水面下50厘米处进行采集；为了得到具有充分代表性的水样，应在不同地点分别采集。

(5) 水样采集的数量，应满足分析和复核的要求。供全分析用的水样，一般不应少于5升，水样浑浊时应分装两瓶；供单项控制分析用的水样，不可少于0.3升。

(6) 作控制试验的水样，要使用固定的采样瓶；供全分析用的水样，采样后应在水样瓶上粘贴标签；注明水样名称、采样地点、水温、采样人姓名、采样时间以及其他情况（如采集生水样品的气象条件等）。

(7) 水中溶解气体（如溶解氧、二氧化碳）的分析，必须在现场进行。采样方法在试验方法中另有规定。

(8) 测定含铁和含铜量时，所用水样的采集方法详见（S-17-1）铁的测定和（S-16）铜的测定。

4. 水样的存放：

(1) 水样采集后应尽快进行分析，不宜存放。

(2) 若水样要搁置较长时间后才能进行分析，则必须

將水樣瓶嚴密封口，妥善保存，並在分析報告中注明存放的時間和溫度。

四、水分析的工作步驟

1. 選擇適當的分析方法，根據試驗的要求和測定項目的含量範圍，事先確定應用的試驗方法。

2. 做好分析前的准备工作：

(1) 准备好分析用的儀器。

(2) 检查所需試劑是否齊全，質量是否可靠，必要时应进行空白試驗以備校正因試劑中所含雜質而引起的誤差。

3. 开启水樣瓶封口，进行分析：

(1) 在开启封口前，先觀察并記錄水樣的色澤、透明程度和沉淀物的多少及特征。

(2) 在开启封口时，应注意水樣瓶封口是否完整严密，瓶子的質量是否可靠。

(3) 透明的水樣，开瓶后先辨別水樣的氣味，并立即測定 pH、氨、耗氧量、碱度、亞硝酸根等易變項目；然后測定全固形物、溶解固形物、計算出懸浮物；繼之作二氧化硅，鉄鋁氧化物，鈣、鎂、硬度，磷酸根，硝酸根，硫酸根，氯离子等測定項目。

(4) 渾濁的水樣，取其中經澄清的一瓶，立即測定 pH、酚酞碱度、氨、亞硫酸根等易變項目，過濾后測定全碱度、硬度、磷酸根、硝酸根、硫酸根、氯离子等項目；將另一瓶水樣搖勻后，立即測定耗氧量，并进行全固形物、懸浮物、溶解固形物、二氧化硅、鉄鋁氧化物、鈣、鎂等項目的測定。

S-2

全固形物的測定（重量法）

一、概 要

1. 全固形物为溶解固形物与悬浮物之总和, 单位以毫克/升表示。

2. 本方法共列有三种測定手續, 第一法适用于一般水样, 第二法适用于鍋炉水, 第三法适用于固形物吸湿性特强的水样。

二、仪 器

1. 水浴鍋, 也可用 400 毫升的烧杯代替 (工作时必須注意其水位不可太高, 以免沾污蒸发皿引起誤差)。

2. 瓷蒸发皿, 容积 100~200 毫升 (若为精密分析, 应使用鉑蒸发皿)。

三、試 剂

1. 碳酸鈉溶液 (1 毫升 $\approx$ 10 毫克 Na_2CO_3)。

2. 硫酸, 0.1N 标准溶液。

四、測 定 手 續

第一法:

1. 取一定量充分搖匀的水样, 逐次注入已經烘干至恒重的蒸发皿中, 在水浴上蒸干。

2. 將已經蒸干的样品連同蒸发皿移入 105~110°C 的烘箱內干燥一小时。

3. 在干燥器内冷却至室温后迅速称量。

4. 再在与上一次相同的温度下干燥半小时，冷却后再次称量，如此反复操作，直至恒重。

第二法：

1. 取一定量充分摇匀的锅炉水样，加入与其全碱度相当量的硫酸标准溶液，使水样中和；将此已经中和的水样逐次注入已经烘干至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干。

2、3、4项操作与第一法相同。

第三法：

1. 取一定量充分摇匀的水样，逐次注入事先置有20毫升碳酸钠溶液（用移液管操作）的蒸发皿中，在水浴上蒸干。

2、3、4项操作与第一法相同。

五、計 算

水样中全固形物的含量（ $T.S.$ ）按下列公式计算：

第一法：

$$T.S. = \frac{G_1 - G_2}{V} \times 1000 \quad \text{毫克/升}$$

式中 G_1 ——蒸干残留物与蒸发皿之总重量，毫克；

G_2 ——蒸发皿重量，毫克；

V ——取水样的体积，毫升。

第二法：

$$T.S. = \frac{G_1 - G_2}{V} \times 1000 - W \quad \text{毫克/升}$$

式中 W 为氢氧化钠、碳酸钠等转变为硫酸钠后所增加固形物的量，所以，

$$W = 1.82(\text{OH}^-) + 0.60(\text{CO}_3^{2-}) + 49 \left[\frac{\text{PO}_4^{3-}}{5} + \frac{\text{SiO}_3^{2-}}{38} \right] \text{ 毫克/升}$$

其中 CH^- 、 CO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 SiO_3^{2-} 分别为水样中 氢氧根、碳酸根、磷酸根和硅酸根的含量，毫克/升。

其他符号意义同前。

第三法：

$$T.S. = \frac{(G_1 - G_2) - 10a}{V} \times 1000 \text{ 毫克/升}$$

式中 a ——加入碳酸钠溶液的体积，毫升；

10 ——碳酸钠溶液的浓度，毫克/毫升。

其他符号意义同前。

六、注 意 事 项

1. 所取水样的体积应使蒸干残留物的重量在 50~100 毫克左右。

2. 为了防止在蒸发、烘干过程中落入杂物而影响试验结果，必须在蒸发皿上放置玻璃三角架并加盖表面皿。

3. 本法所指的恒重，为最后两次称量之差不超过 0.5 毫克。

S-3

悬浮物的测定（重量法）

一、概 要

1. 在水样中不溶解的固形物称为悬浮物，单位以毫克/升表示。
2. 本方法适用于悬浮物含量大于20毫克/升的水样。

二、仪 器

1. 玻璃过滤器，“上玻”1G5。
2. 电动真空抽气泵（或水力抽气管）。
3. 吸滤瓶，容积2升。

三、試 剂

硝酸（1:1）。

四、測 定 手 續

1. 将玻璃过滤器先用硝酸洗涤，然后再用蒸馏水洗淨，置于105~110°C烘箱中干燥1小时，在干燥器内冷却到室温后，称量至恒重。
2. 将玻璃过滤器按图（3-1）固定在吸滤瓶上，启动抽气泵（或水力抽气管）。
3. 准确量取适量体积經搖勻的水样，徐徐注入玻璃过滤器过滤。最初滤出的200毫升滤液，应重复过滤一次，滤液留作全分析用。
4. 用少量蒸馏水将容量瓶和玻璃过滤器淋洗数次，然后

将玻璃过滤器移入105~110°C烘箱中干燥1小时，取出置于干燥器内，冷却到室温后称量。

5.再在相同温度下干燥半小时，冷却后再次称量，如此反复操作直至恒重。

五、計 算

水样中悬浮物的含量（ T ）按下式计算：

$$T = \frac{G_1 - G_2}{V} \times 1000 \quad \text{毫克/升}$$

式中 G_1 ——玻璃过滤器与悬浮物的总重量，毫克；

G_2 ——玻璃过滤器重量，毫克；

V ——所取水样的体积，毫升。

六、注 意 事 项

1.悬浮物含量在20~50毫克/升以内的水样，应取一升样品进行测定；含量在50毫克/升以上的水样应取500毫升样品进行测定；小于20毫克/升的水样可利用全固形物和溶解固形物之差求得。

2.在购置不到玻璃过滤器时，可用铺有2毫米厚的酸洗石棉过滤层的古氏坩埚代替。

3.水样过滤后应澄清透明，否则必须重复过滤。

4.如水样过滤有困难，可先使用1G4漏斗，再用1G5漏斗过滤，此时只测定滤液的溶解固形物，从全固形物和溶解固形物之差求得悬浮物的含量。

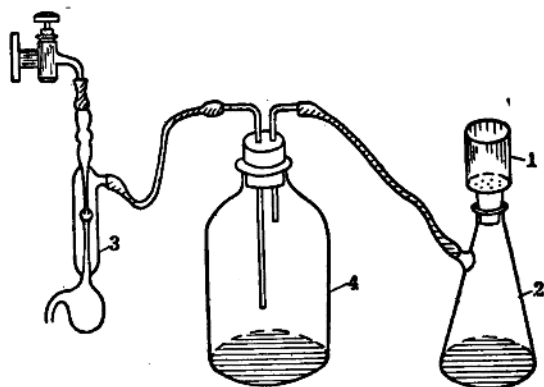


图 3-1 用玻璃过滤器进行过滤的装置

1—玻璃过滤器；2—吸滤瓶；3—水力抽气管；4—安全瓶

S-4-1

溶解固形物和灼烧减量的 测定（重量法）

一、概 要

1. 溶解固形物为水中溶解物质的含量，单位以毫克/升表示。
2. 本法列有三种测定手續，适用条件同（S-2）。
3. 灼烧减量为溶解固形物在750~800°C灼烧至残渣变白后所失去的重量，单位以毫克/升表示。

二、仪 器

1. 水浴鍋，可用400毫升的烧杯代替（工作时必須注意其水位不可太高，以免沾污蒸发皿引起誤差）。
2. 瓷蒸发皿，容积100~200毫升（若为精密分析应使用铂蒸发皿）。

三、試 剂

1. 碳酸鈉溶液（1毫升含10毫克 Na_2CO_3 ）。
2. 硫酸，0.1N标准溶液。

四、測 定 手 續

1. 溶解固形物的測定：

第一法：

（1）取一定量已过滤的澄清水样，逐次注入已經灼烧至恒重的蒸发皿中，在水浴上蒸干。

（2）将已蒸干的样品連同蒸发皿，移入105~110°C的

烘箱內干燥一小时。

(3) 在干燥器內冷却至室温后迅速称量。

(4) 再在与上一次相同的温度下干燥半小时，冷却后再次称量，如此反复操作，直至恒重。

第二法：

(1) 取一定量已过滤的澄清锅炉水样，加入与其全碱度相当量的硫酸标准溶液，使水样中和，将此中和的水样逐次注入已经灼烧至恒重的蒸发皿內，在水浴上蒸干。

(2)、(3)、(4) 项操作与第一法相同。

第三法：

(1) 取一定量已过滤的澄清水样，逐次注入事先置有20毫升碳酸钠溶液（用移液管操作）的蒸发皿中，在水浴上蒸干。

(2)、(3)、(4) 项操作与第一法相同。

2. 灼烧减量的测定：

(1) 将已烘干至恒重的溶解固形物残渣连同蒸发皿，移入750~800°C的高温炉中灼烧。

(2) 待灼烧的残渣变白时，立即取出，在干燥器中冷至室温后，迅速称量。

四、計 算

第一法：

$$\text{溶解固形物} = \frac{G_1 - G_2}{V} \times 1000 \quad \text{毫克/升}$$

式中 G_1 ——蒸干残留物与蒸发皿的总重量，毫克；

G_2 ——蒸发皿重量，毫克；

V ——取水样的体积，毫升。