

ICS 27.100

F 24

备案号: 15178-2005

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 908 — 2004

火力发电厂水汽试验方法 钠的测定 二阶微分火焰光谱法

Analysis of water and steam used in power plant — Determination of sodium
Second derivative flame emission spectrum method

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂	1
5 仪器	2
6 分析步骤	2
7 精密度	3
8 试验报告	3

前 言

本标准是根据原国家经贸委《关于下达 2002 年度电力行业标准制定和修订计划的通知》（国经贸电力〔2002〕973 号）的安排制定的。

火力发电厂水汽中钠离子含量是水汽质量监督的重要指标之一，准确测定水汽中痕量钠离子对电力生产的安全和经济运行有着重要意义。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本标准起草单位：国电热工研究院。

本标准主要起草人：田利、李敬业。

火力发电厂水汽试验方法

钠的测定 二阶微分火焰光谱法

1 范围

本标准规定了火力发电厂水汽中钠离子含量的二阶微分火焰光谱测定方法。

本标准适用于除盐水、锅炉给水、炉水、蒸汽、凝结水等水样中痕量钠离子的测定。

本标准痕量钠离子的测定范围：0μg/L～100μg/L。

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/T6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则

GB/T6907 锅炉用水和冷却水分析方法 水样的采集方法

JJG 630 火焰光度计检定规程

3 原理

用火焰进行激发并以光电系统来测量被激发元素辐射强度的分析方法称火焰原子发射光谱法。

用火焰原子发射光谱法测量原子的特征谱线强度时，特征谱线周围有连续背景干扰。二阶微分火焰光谱法对叠加谱线进行二阶微分，消除了谱线周围的背景干扰，因此使检测灵敏度成倍增高。

钠原子或离子受火焰激发后发射出 589.0nm 的特征谱线，谱线的强度与试样中钠离子的浓度成正比，钠离子含量和特征谱线的“谱线强度”应符合 JJG 630 的规定，其罗马金公式的数学表达式为：

$$I = aC^b \quad (1)$$

式中：

a ——一个与元素的激发电位、激发温度及试样组分有关的参数；

I ——谱线强度；

C ——溶液中钠离子的含量；

b ——自吸收系数。

当溶液中钠离子含量很低时，自吸收现象可忽略，即 $b=1$ ，罗马金公式简化为：

$$I = aC \quad (2)$$

即钠离子含量和钠离子的特征谱线强度成正比。

4 试剂

4.1 试剂水

使用 GB/T6903 规定的一级试剂水。

4.2 钠标准溶液的配制

4.2.1 储备溶液（1mL 含 1mg 钠）

准确称取在 250℃～350℃烘干 1h～2h 的基准氯化钠 2.5472g 溶于试剂水中，移入 1L 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀后，储存于塑料容器（见 5.3）内。

4.2.2 钠工作液 I (1mL 含 10μg 钠)

准确吸取钠储备液 10.00mL 于 1L 容量瓶中，用试剂水稀释至刻度，摇匀后，储存于塑料容器（见 5.3）内备用。

4.2.3 钠工作液 II (1mL 含 0.5μg 钠)

准确吸取钠工作液 I 50.00mL 于 1L 容量瓶中，用试剂水稀释至刻度，摇匀后，储存于塑料容器（见 5.3）内备用。

5 仪器

5.1 二阶微分火焰光谱仪

钠离子浓度分析范围：0μg/L~10μg/L，0μg/L~100μg/L 范围内连续可调。

分析使用波长：589.0nm。

线性相关系数：≥0.995。

试样吸喷量：≥3mL/min。

响应时间：≤8s。

5.2 电子天平（感量 0.1mg）

5.3 塑料容器

聚丙烯、聚乙烯或聚四氟乙烯塑料瓶（1000mL，100mL）。

使用前应在盐酸溶液（1+1）中浸泡 12h 以上，用试剂水反复冲洗合格后方可使用。

注：试剂瓶冲洗合格的检测方法为在试剂瓶中装满试剂水放置 2h 后，在仪器上测定其强度，测定值应与试剂水相同，否则应继续冲洗。

6 分析步骤

6.1 仪器的调节

按仪器说明书启动二阶微分火焰光谱仪，并调节到可供测定的状态。

6.2 工作曲线的绘制

6.2.1 根据待测水样钠离子含量的近似值，按表 1 配制标准系列。

表 1 钠标准系列的配制

待测水样中 Na ⁺ 含量的范围 μg/L	标准系列浓度 μg/L	钠工作液 II 加入量 mL
0~10	0~10	0~2.0
10~20	10~20	2.0~4.0
20~100	20~100	4.0~20
注：配制溶液体积为 100mL，可使用 100mL 塑料容量瓶或示例中方法配制标准系列。 示例：待测水样中 Na ⁺ 含量为 0μg/L~10μg/L，可按如下步骤配制水样。将干燥的聚丙烯塑料瓶放入电子天平，扣除瓶重后加入钠工作液 II 0.4，0.8，1.2，1.6，2.0mL，加试剂水至 100.0g（相当于 100mL），摇匀。上述溶液分别含 C ₀ +2，C ₀ +4，C ₀ +6，C ₀ +8，C ₀ +10μg/L 的钠离子。 C ₀ 为试剂水中钠离子浓度。		

6.2.2 用所配制标准系列中最高浓度的溶液，按仪器说明书进行操作，使谱线强度指示不超过满刻度。

6.2.3 用试剂水反复清洗燃烧器，并喷雾燃烧至读数接近于零。

6.2.4 依次将上述标准系列（见 6.2.1）从低浓度到高浓度进行喷雾燃烧，测定各自的谱线强度，绘制谱线强度与钠离子含量的工作曲线或求得回归方程。

6.3 水样的测定

6.3.1 水样的采集（见 GB/T6907）。

6.3.2 将毛细管用试剂水清洗后放入待测试样中吸喷试样，直至谱线强度指示稳定后再读数。

6.3.3 根据测得试样的谱线强度，在工作曲线上查出或由回归方程计算出试样中钠离子浓度。

7 精密度

对不同钠离子浓度的水样，测得精密度数据见表 2。

表 2 不同钠离子浓度的精密度（以相对标准偏差表示）

测量范围 μg/L	0~10	10~20	20~100
重复性相对标准偏差 %	<2	<2	<2
再现性相对标准偏差 %	<15	<10	<5

8 试验报告

试验报告应包括下列各项：

- a) 注明引用本标准；
- b) 受检水样的完整标识：包括水样名称、水样编号、采样日期、采样人、采样地点、厂名等；
- c) 水样中钠离子含量，μg/L；
- d) 试验人员和试验日期。