

ICS 27.100

F 24

备案号: 15358-2005

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 955 — 2005

火力发电厂水、汽试验方法 铜、铁的测定 石墨炉原子吸收法

Analysis of water and steam in fossil fuel power plant
Determination of copper and iron by graphite furnace
atomic absorption spectrophotometry

2005-02-14 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 试剂与材料	1
5 仪器	2
6 分析步骤	2
7 精密度	3
8 试验报告	3
附录 A (资料性附录) 仪器工作条件	4
附录 B (资料性附录) 方法精密度结果	5

前 言

本标准是根据原国家经济贸易委员会《关于下达 2002 年度电力行业标准制、修订计划项目的通知》（电力 [2002] 973 号文）的安排制订的。

本标准主要参照美国 ASTM D 1688—1995《标准测试方法 水中铜的测试》方法 C—石墨炉原子吸收法和 ASTM D 1068—1996《标准测试方法 水中铁的测试》方法 C—石墨炉原子吸收法，并结合火力发电厂水、汽中铜、铁测试的特点编写制订。

本标准与 ASTM D 1688—1995 和 ASTM D 1068—1996 的主要区别是：取样前预先加适量硝酸酸化水样，改变了样品的消解条件。

本标准附录 A、附录 B 为资料性附录。

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。

本标准主要负责起草单位：西安热工研究院有限公司。

本标准主要起草人：常旭红、柯于进、邵方方、赵爱华。

火力发电厂水、汽试验方法

铜、铁的测定 石墨炉原子吸收法

1 范围

本标准规定了火力发电厂水、汽中铜、铁的测试方法。

本标准适用于锅炉给水、凝结水、蒸汽、水内冷发电机冷却水和炉水的测定。测定范围为：铜 $0\mu\text{g/L}\sim 100\mu\text{g/L}$ ；铁 $0\mu\text{g/L}\sim 100\mu\text{g/L}$ 。

核电站水、汽中铜、铁的测定可参照本标准。

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 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则

GB/T 6907 锅炉用水和冷却水分析方法 水样的采集方法

3 原理

用石墨炉原子吸收分光光度仪测定水中痕量铜、铁，将酸化后水样注入石墨管中，蒸发干燥、灰化、原子化，测量原子化阶段铜、铁元素产生的吸收信号的吸光度，再从标准工作曲线上查得与各吸光度相对应的待测铜、铁元素的含量。

4 试剂与材料

4.1 试剂水：使用符合 GB/T 6903 规定的一级试剂水。

4.2 盐酸溶液：(1+1)，用 $\rho=1.19\text{g/mL}$ ，优级纯盐酸配制。

4.3 硫酸溶液：(1+1)，用 $\rho=1.84\text{g/mL}$ ，优级纯硫酸配制。

4.4 硝酸溶液：(1+199)，用 $\rho=1.42\text{g/mL}$ ，光谱纯或优级纯硝酸配制。

4.5 硝酸溶液：(1+1)，用 $\rho=1.42\text{g/mL}$ ，光谱纯或优级纯硝酸配制。

4.6 铜标准溶液：

4.6.1 铜标准贮备液， 1000mg/L ：称取 1.000g 金属铜（含铜 99.99% 以上）于烧杯中，加入硝酸溶液（4.5） 30mL ，缓慢加入硫酸溶液（4.3） 4mL ，缓慢加热溶解，继续加热蒸发至近干，冷却后，用水溶解转移至 1000mL 容量瓶中，稀释至标线。

4.6.2 铜标准中间液（I）， 10mg/L ：准确移取铜标准贮备液（4.6.1） 10mL 于 1000mL 容量瓶中，用硝酸溶液（4.4）稀释至标线。

4.6.3 铜标准中间液（II）， $100\mu\text{g/L}$ ：准确移取铜标准中间液（I）（4.6.2） 10mL 于 1000mL 容量瓶中，用硝酸溶液（4.4）稀释至标线。此标准中间液用于分析时配制标准工作溶液。

4.6.4 铜标准工作液， $10\mu\text{g/L}$ ：准确移取铜标准中间液（II）（4.6.3） 10mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（4.4）稀释至标线。此标准工作液应于分析当天配制。铜标准工作液的浓度可以根据待测水样中铜的浓度范围而改变。

4.7 铁标准溶液：

4.7.1 铁标准储备液, 1000mg/L: 称取 1.000g 纯铁丝(含铁 99.99%以上)于烧杯中, 加入盐酸溶液(4.2) 100mL, 加热溶解, 冷却后, 转移至 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至标线。

4.7.2 铁标准中间液(I), 10mg/L: 准确移取铁标准储备液(4.7.1) 10mL 于 1000mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(4.4) 稀释至标线。

4.7.3 铁标准中间液(II), 200 μ g/L: 准确移取铁标准中间液(I)(4.7.2) 20mL 于 1000mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(4.4) 稀释至标线。此标准中间液用于分析时配制标准工作溶液。

4.7.4 铁标准工作液, 20 μ g/L: 准确移取铁标准中间液(II)(4.7.3) 10mL 于 100mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(4.4) 稀释至标线。此标准工作液应于分析当天配制。铁标准工作液的浓度可以根据待测水样中铁的浓度范围而改变。

4.8 氩气, 纯度 99.998%或更高。

5 仪器

5.1 石墨炉原子吸收分光光度仪及相应的辅助设备。

5.2 铜空心阴极灯和铁空心阴极灯。

5.3 石墨管, 热解涂层石墨管。

5.4 石墨炉自动进样器。

5.5 规格齐全的玻璃器皿, 清洗配制标准和水样测试中使用的所有玻璃器皿, 先用分析纯或以上级别的硝酸(1+1) 浸泡 24h 以上, 再用试剂水清洗干净后备用。

6 分析步骤

6.1 仪器条件的选择

根据仪器使用说明书选择最佳仪器参数, 设置石墨炉原子化器的工作条件, 参见附录 A。

6.2 标准工作曲线的绘制

6.2.1 根据铜、铁元素的检测灵敏度和水样中铜、铁含量, 确定进样体积, 一般选取 10 μ L~40 μ L。

6.2.2 以硝酸溶液(4.4) 为空白溶液和稀释溶液, 以铜标准工作液(4.6.4) 为铜最高浓度校正标准工作溶液, 设置五个以上校正标准工作溶液, 自动进样器将自动进行稀释配制校正标准工作溶液, 测定空白溶液和校正标准工作溶液的吸光度(峰面积或峰高)。以浓度为横坐标、吸光度为纵坐标, 绘制铜标准工作曲线或求得回归方程, 线性相关系数应大于 0.995, 参见附录 A。

6.2.3 以硝酸溶液(4.4) 为空白溶液和稀释溶液, 以铁标准工作液(4.7.4) 为铁最高浓度校正标准工作溶液, 设置五个以上校正标准工作溶液, 自动进样器将自动进行稀释配制校正标准工作溶液, 测定空白溶液和校正标准工作溶液的吸光度(峰面积或峰高)。以浓度为横坐标、吸光度为纵坐标, 绘制铁标准工作曲线或求得回归方程, 线性相关系数应大于 0.995, 参见附录 A。

6.3 水样的测定

6.3.1 水样的采集方法应符合 GB/T 6907 的规定。

6.3.2 取样前, 向 100mL 取样瓶中加入硝酸溶液(4.5) 1mL, 然后采集水样 100mL。酸化水样所用硝酸的纯度以及酸度与标准工作溶液一致。

6.3.3 准确移取 50mL 水样于 100mL 烧杯中, 用电热板加热水样, 确保水样不沸腾, 使水样体积浓缩至 20mL~25mL, 冷却, 将水样转移至 50mL 容量瓶中, 用水稀释至标线。

注: 如果试验证明仅酸化水样和加热消解水样测试结果一致, 此步可以取消。

6.3.4 在与测定铜校正标准工作溶液相同的条件下, 将水样注入石墨管中, 测得吸光度, 由铜标准工作曲线得出水样中铜含量。

6.3.5 在与测定铁校正标准工作溶液相同的条件下, 将水样注入石墨管中, 测得吸光度, 由铁标准工作曲线得出水样中铁含量。

6.3.6 如果水样中铜、铁浓度超过最高标准工作溶液浓度，可设置自动进样器用硝酸溶液（4.4）稀释水样，重新测试。水样中铜、铁含量超过 $100\mu\text{g/L}$ 时，可以通过稀释后测试，也可以用火焰原子吸收法直接测试。

6.3.7 分析水样时的进样量应与分析标准工作溶液时的进样量完全相同；每测试一定数目样品后，应分析一个标准样品，检查石墨管的寿命，若有影响，应更换新石墨管。

7 精密度

由三个实验室对本标准方法做了验证试验，精密度数据参见附录 B。

8 试验报告

试验报告格式应固定，且至少包含下列信息：

- 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) 水样中铜、铁含量， $\mu\text{g/L}$ ；
- d) 试验人员和试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
仪 器 工 作 条 件

仪器工作条件见表 A.1。

表 A.1 原子吸收光谱仪、石墨炉工作参数

元素	波长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm			
铜	324.8	10	0.7			
铁	248.3	15	0.2			
石墨炉温度程序 (Fe)						
步骤	温度 ℃	斜坡升温 s	保持时间 s	氩气流量		
1	90	10	20	250mL/min		
2	130	10	20	250mL/min		
3	1100	10	20	250mL/min		
4	2400	0	5	关		
5	2600	1	3	250mL/min		
石墨炉温度程序 (Cu)						
步骤	温度 ℃	斜坡升温 s	时间 s	氩气流量		
1	90	10	20	250mL/min		
2	130	10	20	250mL/min		
3	1000	10	20	250mL/min		
4	2300	0	5	关		
5	2600	1	3	250mL/min		
注：铁、铜进样体积均为 20 μ L						
标准工作溶液系列						
元素	浓度水平 μ g/L					
	空白	1.0	3.0	5.0	7.0	10.0
铜	空白	1.0	3.0	5.0	7.0	10.0
铁	空白	2.0	5.0	10.0	15.0	20.0

附 录 B
(资料性附录)
方 法 精 密 度 结 果

方法精密度结果见表 B.1。

表 B.1 方法精密度结果

元素	浓度值 μg/L	测试值 μg/L	标准偏差 μg/L	相对标准偏差 %
铜	1.00	1.01	0.13	12.3
	5.00	5.04	0.19	3.6
	10.00	10.10	0.31	2.3
	20.00	20.22	0.68	3.0
铁	5.00	5.06	0.27	4.5
	10.00	10.12	0.31	3.1
	20.00	20.10	0.57	2.4
	40.00	40.25	0.88	2.1