

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水中钾含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14640—93

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了循环冷却水中钾的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水中钾含量 0.3~20mg/L 的测定,也适用于各种工业用水、原水及生活用水中钾的测定。

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法术语

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

本标准中涉及到火焰原子吸收光谱分析法术语见 GB/T 4470。

4 方法原理

工业循环冷却水样品,经雾化喷入火焰,钾离子被热解为基态原子,以钾共振线 766.5nm 为分析线以空气-乙炔火焰测定钾原子的吸光度,加入氯化铯可抑制水中各种共存元素及水处理药剂的干扰(见附录 A)。

5 试剂和材料

本试验所用水应符合 GB 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 氯化钾标准溶液:

5.2.1 钾标准溶液 I:称取 105~110℃下烘至恒重的高纯氯化钾 1.907g,精确至 0.000 2g。放入 100mL 烧杯中加水 20mL,使其溶解,转移至 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用,此溶液 1.00mL 含钾 1.00mg。

5.2.2 钾标准溶液 II:移取钾标准溶液 I (5.2.1)5.0mL,放入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 1.00mL 含钾 0.050mg。

5.3 氯化铯溶液:含铯 10g/L。称取 126g 氯化铯(CsCl)放入 200mL 烧杯中,加入 50mL 水,再加入盐

国家技术监督局 1993-08-06 批准

1994-07-01 实施

酸(5.1)20mL,溶解后转移至1 000mL容量瓶中,用水稀释至刻度。

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,应配有钾空心阴极灯,空气-乙炔预混合燃烧器。背景扣除校正器(本标准推荐使用连续光谱氖灯扣除背景)、打印机或记录仪等。

所用原子吸收光谱仪均应达到下列指标:

6.1.1 检出限:在测量循环冷却水样中,钾的检出限应小于0.05mg/L。

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

6.1.3 最低精密度要求:工作曲线中浓度最高的10次吸光度的标准偏差应不超过其平均吸光度的1.5%,浓度最低的标准溶液(不是零浓度溶液)的10次吸光度的标准偏差,应不超过浓度最高标准溶液平均吸光度的0.5%。

7 工作条件的选择

按照仪器使用说明书所提供的最佳条件,调节波长766.5nm,调试灯电流、通带、积分时间、火焰条件、背景扣除等。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 试样溶液的制备

取现场循环水样约500mL,加入盐酸(5.1)将水样酸化至pH值1左右(每升水样加入盐酸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

准确移取钾标准溶液(5.2.2)0.00(试剂空白)、0.50、1.00、1.50、2.00mL,分别移入50mL容量瓶中,并加入5.0mL氯化铯溶液(5.3),用水稀释至刻度,摇匀,此标准系列钾的浓度为0.0、0.5、1.0、1.5、2.0mg/L,在仪器最佳工作条件下,于波长766.5nm处,以试剂空白调零,测其吸光度,以测定的吸光度为纵坐标,相对应的钾含量(mg/L)为横坐标,绘制出标准曲线。

8.3 试样的测定

用移液管移取试样溶液(8.1)25.0mL,置于50mL容量瓶中,加入5.0mL氯化铯溶液(5.3),用水稀释至刻度。按标准曲线制作(8.2)中同等仪器条件,用试剂空白调零,测定其吸光度,若试样中钾含量超出标准曲线范围,可稀释后测定。

8.4 分析结果的表述

以钾离子质量浓度表示的钾含量X(mg/L)按式(1)计算:

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

式中: ρ ——从标准曲线中查得钾的浓度,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——测定时试样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应不大于表1所列允许差。