

ICS 13.060.50;13.060.60

CCS G76

团 体 标 准

T/GDASE 0030-2022

锅炉用水和冷却水水质检测 自动间断化学分析法

Automatic determination of water quality for boiler and cooling
system—Discrete analysis

2022-04-19 发布

2022-05-19 实施

广东省特种设备行业协会

发布

目 次

前 言.....	III
1 范围.....	4
2 规范性引用文件.....	4
3 术语和定义.....	4
4 方法概要.....	4
5 试剂或材料.....	4
6 仪器准备.....	6
7 样品检测.....	7
8 结果计算.....	7
9 允许差.....	8
10 干扰与消除.....	8

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由广东省特种设备行业协会提出并归口。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件负责起草单位：广东省特种设备检测研究院东莞检测院、广东省特种设备检测研究院惠州检测院、长春星锐智能化科技有限公司、广东丰尔科技有限公司。

本文件主要起草人：蔡延彬 曹现福 王义壮 邓卓宝 童婷 刘福 严嘉绮 张锦晖 杨润 贾赞东 徐朝辉

本文件为首次制定。

锅炉用水和冷却水水质检测 自动间断化学分析法

1 范围

本文件确立了锅炉用水和冷却水中的浊度、氯离子、铁、磷酸根、酚酞碱度、全碱度等单项或多个项目的自动间断分析测定方法要求。

本文件适用的测定范围为：浊度：（0.1~50.0）FTU，氯离子：（5~50）mg/L，铁：（0.1~10.0）mg/L，磷酸根：（1~50）mg/L，酚酞碱度：（0.5~5.0）mmol/L，全碱度：（0.75~10.50）mmol/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6682 实验室用水规格和试验方法
- GB/T 6907-2005 锅炉用水和冷却水分析方法 水样的采集方法
- GB/T 6913 锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定
- GB/T 12151 锅炉用水和冷却水分析方法 浊度的测定（福马肼浊度）
- GB/T 14416-2010 锅炉蒸汽的采样方法
- GB/T 14427 锅炉用水和冷却水分析方法 铁的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

自动间断化学分析 automatic discrete analysis

自动间断化学分析是一种自动化的化学分析法，通过集成自动进样系统和光度分析系统，模拟人工比色过程，自动完成多样品多参数的分析测定。

4 方法概要

通过自动微量进样系统，将样品、试剂等按照设定的程序定量加入测量池中进行显色反应，经光度分析系统测定吸光度，利用待测组分（或待测项目对应组分）含量与吸光度的关系（符合比尔朗伯定律），计算得到待测项目的结果。

浊度在660 nm处采用分光光度法测定。

5 试剂和材料

5.1 本文件所用试剂和水，除非另有规定，应使用分析纯及以上规格试剂和符合 GB/T 6682 中二级水的规定。将二级试剂水以 3 mL/min 流速经 0.15 μm 的微孔滤膜，制备无浊度水。

5.2 实验所需标准溶液，在没有注明其它要求时，均按 GB/T601 的规定制备。标定或直接配制所用试剂应为优级纯及以上规格试剂。

5.3 钼酸盐储备液（40 g/L）：钼酸铵 4g 溶解于去水中，移入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，贮存于棕色瓶中。该溶液可稳定放置 7 d。

5.4 硫酸储备液：将浓硫酸 14 mL 缓慢加入到约 70 mL 水中，冷却，移入到 100 mL 容量瓶中，加水至刻度。

T/GDASE 0030-2022

- 5.5 酒石酸锑钾储备液：将 0.3 g 酒石酸锑钾溶解在水中，移入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度。贮存在棕色瓶中，4℃ 保存，此溶液可稳定放置 30 d。
- 5.6 将 50 mL 硫酸储备液（5.2）与 15 mL 钼酸盐储备液（5.1）混合均匀，放置冷却后加入 5 mL 的酒石酸锑钾储备液（5.3），充分混合后移入到试剂瓶中。该混合溶液作为磷酸根测定试剂 I（R1）。
- 5.7 抗坏血酸溶液（9 g/L）：0.9 g 抗坏血酸溶解在 100 mL 水中，转移到棕色试剂瓶中，在冰箱中可稳定放置 7 d。该溶液作为磷酸根测定试剂 II（R2）。
- 5.8 磷酸根标准储备液（1000 mg/L）：称取 4.395 g 磷酸二氢钾，溶解到适量水中，加水定容至 1 L。或采用市售标准溶液。
- 5.9 磷酸根标准溶液 I（50 mg/L）：取 10 mL 的磷酸根标准储备液，用水稀释至 200 mL。该溶液使用当天配制。
- 5.10 磷酸根标准溶液 II（10 mg/L）：取 10 mL 的磷酸根标准储备液，用水稀释至 1000 mL。该溶液使用当天配制。
- 5.11 过硫酸钾溶液（40 g/L）：称取 20 g 过硫酸钾，精确至 0.5 g，溶于 500 mL 水中，摇匀，贮存于棕色瓶中。该溶液有效期为 30 d。
- 5.12 盐酸：2+1。
- 5.13 盐酸羟胺溶液（100 g/L）：溶解 10 g 盐酸羟胺（ $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）于适量水中并稀释至 100 mL，该溶液可稳定放置 7 d。该溶液作为铁测定的试剂 I（R1）。
- 5.14 乙酸缓冲溶液：溶解 40 g 乙酸铵（ $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ）和 50 mL 冰乙酸于适量水中并稀释至 100 mL。
- 5.15 1,10-菲罗啉溶液（5 g/L）：称量 0.5 g 1,10-菲罗啉盐酸盐（ $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{C}_1\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ），溶解于适量水中并稀释至 100 mL；或将 0.42 g 1,10-菲罗啉（ $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）溶于含有两滴盐酸的 100 mL 水中。此溶液置于棕色瓶中并于暗处保存，可稳定放置 7 d。
- 5.16 将乙酸缓冲溶液（5.11）100 mL 和 1,10-菲罗啉溶液（5.12）100 mL 混合均匀，作为铁测定的试剂 II（R2）。
- 5.17 铁[Fe²⁺]标准储备溶液（100mg/L）：称取 100.0 mg 铁（纯度 99.99%），精确至 0.1 mg，置于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 水、5 mL 盐酸，缓慢加热使之溶解。冷却后定量转移到 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液贮存于耐腐蚀玻璃或塑料瓶中，可稳定放置 30 d。也可按 GB/T 602 的规定进行配制，或采用市售标准溶液。
- 5.18 铁[Fe²⁺]标准溶液 I（10 mg/L）：移取 10mL 铁标准储备液于 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 盐酸，用水稀释至刻度。该溶液使用当天配制。
- 5.19 铁[Fe²⁺]标准溶液 II（1 mg/L）：移取 10 mL 铁标准溶液 I 于 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度。该溶液使用当天配制。
- 5.20 间硝基苯酚溶液（3.0 g/L）：称取 3.0 g 间硝基苯酚，溶于适量水中，定容至 1 L。
- 5.21 碳酸钠标准储备溶液（酚酞碱度=100 mmol / L）：准确称取在 250℃ 下烘干 4 h 的优级纯或工作基准无水碳酸钠 1.060 g，溶于适量水中，定容至 100 mL。
- 5.22 碳酸钠标准溶液（酚酞碱度=10 mmol / L）：移取碳酸钠标准储备溶液 25 mL，用水稀释至 250 mL。该溶液使用当天配制。
- 5.23 缓冲溶液（pH=3.1）：称取 2.55 g 邻苯二甲酸氢钾溶于适量水中，加入 43 mL 浓度为 0.1 mol/L 的盐酸，用水稀释至 500 mL，再用 0.1 mol/L 的盐酸调节溶液的 pH 值为 3.1±0.05。
- 5.24 甲基橙溶液（0.125 g/L）：0.125 g 甲基橙溶于适量 70℃ 的水中，冷却后用水定容至 1 L。
- 5.25 氢氧化钠标准储备溶液（50 mmol/L）：称取 2.0 g 氢氧化钠，用水溶解，定容至 100 mL，用浓度为 0.5 mol/L 的硫酸标准溶液标定，准确稀释成浓度为 50 mmol/L 的储备液。
- 5.26 碱度标准储备溶液（总碱度=150 mmol/L）：准确称取在 250℃ 下烘干 4 h 的碳酸钠 0.530 g，溶于氢氧化钠标准储备液（5.21）中，并用该储备液定容至 100 mL。
- 5.27 碱度标准溶液（总碱度=15mmol/L）：取碱度标准储备溶液（5.22）25 mL，用水稀释至 250 mL。
- 5.28 福尔马肼浊度标准贮备液（400FTU）：称取 10.00 g±0.01 g 六次甲基四胺，用水溶解，溶解至 100 mL，此为溶液 A；称取 1.000 g±0.001 g 硫酸联胺，用水溶解，稀释至 100 mL，此为溶液 B；移取 5 mL 溶液 A 和 5 mL 溶液 B，混匀，在 25℃ 下放置 24 h，然后用水稀释至 100 mL。该溶液在 25℃ ± 3℃ 下于阴暗处贮存，稳定期 30 d。也可购买市售浊度标准溶液。

6 仪器、设备

6.1 间断化学分析仪

仪器应符合以下基本要求：

- a) 主机基本配置：进样模块、分光及光度测量模块、控制电脑和数据处理软件等，自动清洗模块可选配。光度测量系统应具备或可调节至检测方法所需波长：410 nm、480 nm、510 nm、550 nm、660 nm、880 nm，波长分辨率应优于 ± 1 nm。如仪器配置测量池自动检测、清洗、干燥功能，应有可靠的技术或操作程序，确保该功能工作正常，且不会对后续检测造成影响；
- b) 支持自建方法或编辑程序，对测量流程中的进样量、缓冲溶液加入量、显色剂加入量及各自的反应时间等参数进行设置，并可储存和查看检测程序、方法和结果；
- c) 具备自动稀释功能，可按照程序设置，对待测样品、标准溶液等进行多浓度稀释；
- d) 带搅拌模块，可按照程序设定自动对待测样品等进行搅拌。

6.2 附件

附件应符合以下要求：

- a) 测量池：材质应耐酸碱，同时应具备一定的强度，可耐受取样针摩擦不起划痕；
- b) 取样针：材质应耐酸碱，与水溶液间表面张力合适，方便待测样品、试剂等的移取，不吸附待测组分；
- c) 试剂/样品瓶：材质应耐酸碱，不能溶出待测组分；
- d) 清洗水箱：材质应耐酸碱，不能溶出待测组分。

6.3 仪器调试

6.3.1 仪器检查

开启电源，对仪器各功能模块进行检查或者等仪器自检，确认仪器功能正常。

6.3.2 测量池准备

检查测量池洁净情况，如有脏污，应用合适的溶剂进行清洗和干燥。具备测量池状态自动检测和清洗功能的仪器，可由仪器自动检查判定测量池状态。

6.3.3 试剂准备

检查并确保试剂架上的试剂种类、余量和有效期符合检测需求。检查清洗水箱，确保清洗水量足够。

6.3.4 仪器参数设置

酚酞碱度、总碱度、氯离子、磷酸根和铁的检测参数设置可参考表1。

表1 检测参数设置

检测项目	检测范围	样品体积	R1 体积及反应时间	R2 体积及反应时间	检测波长
氯离子	(5~50) mg/L	150 μ L	550 μ L 200 s	—	480 nm
铁	(0.1~1.0) mg/L	600 μ L	40 μ L 100 s	80 μ L 200 s	510 nm
	(1~10) mg/L	300 μ L	100 μ L 100 s	200 μ L 200s	
磷酸根	(1~10) mg/L	150 μ L	160 μ L 50 s	400 μ L 300s	880 nm
	(5~50) mg/L	90 μ L	160 μ L 50 s	470 μ L 300s	
酚酞碱度	(0.5~5.0) mmol/L	60 μ L	440 μ L 60 s	100 μ L 120s	410 nm
总碱度	(0.75~10.50) mmol/L	70 μ L	200 μ L 60 s	430 μ L 120s	550 nm

7 样品检测

7.1 样品准备

7.1.1 将水样摇匀，取适量待测水样于样品瓶内，放置到样品架上。

7.1.2 浑浊的、有颜色的样品，对检测有影响时，可采用仪器提供的样品空白扣除功能，或将对水样进行过滤、脱色处理。过滤可采用中速滤纸。

7.1.3 高浓度样品，可参照表1的检测范围，预先稀释，然后取适量稀释后的水样于样品瓶内，放置到样品架上。

7.2 测定

7.2.1 按照仪器操作说明，设置样品编号、检测项目和检测方法等。

7.2.2 启动测定，仪器自动按照方法程序，对待测样品进行逐项目检测。

7.2.3 如采用仪器自动稀释功能，应增加平行检测次数，并对检测结果进行精密度检查。

7.3 制作工作曲线

配制标准工作溶液按照仪器工作曲线测建要求，设置稀释倍数或配制一系列浓度标准溶液（可参考表2），逐一测定吸光度，根据检测结果和对应的组分的含量，绘制工作曲线。

制作浊度工作曲线时，可按照表3，用移液管移取一定体积的福尔马肼浊度标准贮备液，用无浊度水稀释至100mL配制浊度标准溶液。该福尔马肼浊度标准溶液可稳定使用7 d。

表2 工作曲线设置表

待测项目	工作曲线标准溶液浓度设置	备注
酚酞碱度 (mmol/L)	0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0	或者采用仪器自动稀释功能，设置相应的稀释倍数
全碱度 (mmol/L)	0、0.75、1.5、3.0、4.5、6.0、7.5、9.0、10.5	
氯离子 (mg/L)	0、5、10、20、30、40、50	
磷酸根 (mg/L)	0、5、10、20、30、40、50	
	0、1、2、4、6、8、10	
铁 (mg/L)	0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0	
	0、1、2、4、6、8、10	

表3 福尔马肼浊度标准溶液配制

序号	标准贮备液体积, mL	标准溶液的浊度, NTU
1	0	0
2	1.25	5
3	2.50	10
4	3.75	15
5	5.00	20
6	7.50	30
7	10.00	40
8	12.50	50

8 结果计算

仪器具有自动计算功能时，可采用仪器结果；没有计算功能的，应根据绘制的工作曲线和测得的吸光度结果，手工计算待测项目检测结果。

磷酸根、铁、氯离子的检测结果以mg/L（毫克每升）表示；全碱度、酚酞碱度以mmol/L（毫摩尔每升）表示；浊度以NTU或FTU（视标准曲线单位而定）表示。

全碱度、酚酞碱度均以一价离子为计量基准单位。

9 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为检测结果。在同一实验室，由同一操作者，使用相同的设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象进行相互独立测试，获得的两次独立测试结果的绝对差值或相对偏差应满足表4要求。

表4 项目允许差

项目	检测结果范围	允许差
磷酸根	<10.00 mg/L	绝对差值≤0.50 mg/L
	≥10.00 mg/L	绝对差值≤1.00 mg/L
铁	(0.1~10) mg/L	相对偏差≤5% ¹
氯离子	(5.0~50.0) mg/L	绝对差值≤1.0 mg/L
全碱度	(0.75~10.50) mmol/L	绝对差值≤0.05 mmol/L
酚酞碱度	(0.50~5.00) mmol/L	绝对差值≤0.05 mmol/L
浊度	<10.0 FTU	绝对差值≤0.2 FTU
	(10.0~50.0) FTU	绝对差值≤0.5 FTU
	>50 FTU	绝对差值≤2 FTU

10 干扰与消除

10.1 取样前应摇匀水样，等气泡消失后，再取适量水样注入样品瓶中。

10.2 浊度测量时，若水样色度较大，将测定后的水样通过慢速定量滤纸或孔径为（2~5）μm的玻璃砂芯漏斗过滤，再测定过滤后的水样。原水样测定值减去过滤后的水样测定值即为被测水样的浊度。

10.3 即使仪器具有自动稀释功能，但是由于取样量微小，对于高浓度样品，仍然建议采用人工稀释，然后测定。