

ICS 27.100

F 24

备案号: 37330-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.1 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 1 部分: 通则

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants

Part 1: General rule

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言	3
引言	4
1 范围	5
2 规范性引用文件	5
3 术语和定义	5
4 一般规定	6
5 垢和腐蚀产物分析程序	6
6 试验结果的表述	7

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 1 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了垢和腐蚀产物分析的工作步骤及垢样分析结果的校核；
- 增加了垢和腐蚀产物总体分析方法的指导；
- 增加了部分术语及定义。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：西安热工研究院有限公司。

本部分主要起草人：田利、史庆琳、王广珠、戴鑫、孙巍伟、彭章华。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

引 言

本部分是根据国能科技〔2009〕163号文的安排进行修订的。

对垢和腐蚀产物的分析是火力发电厂化学监督的重要内容之一。由于垢和腐蚀产物大多是些成分复杂的化合物或混合物，进行垢和腐蚀产物分析的任务和宗旨，就是要确定各化学成分在试样中所占的百分组成，在热力系统上正确地采取防止结垢和腐蚀的措施，为进行必要的化学清洗提供可靠的数据。1986年由原水利电力部颁发的SD 202《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》迄今已近30年，对加强化学监督、保证发供电设备的安全经济运行起到了应有的作用。随着发电机组参数和容量的不断提高，对化学监督工作提出了新的要求，同时近些年也有一些新的分析方法应用到垢及腐蚀产物的分析中，因此急需对原《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》进行修订完善。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 1 部分：通则

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法所应遵循的一般要求和规定。

本部分适用于热力系统内聚集的水垢、盐垢、水渣和腐蚀产物化学成分的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 3100 国际单位制及其应用（eqv ISO 1000, 1993）

GB 3101 有关量、单位和符号的一般原则（eqv ISO 31-0, 1993）

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第 1 部分 总则和定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第 2 部分 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

DL/T 502 火力发电厂水汽分析方法

DL/T 1115 火力发电厂机组大修化学检查导则

3 术语和定义

下列定义和缩略语适用于本标准。

3.1

水垢 water scale

自水溶液中直接析出并沉积在金属表面的物质。

3.2

盐垢 salt scale

锅炉蒸汽中含有的盐类在热力设备中析出形成的固体附着物。

3.3

水渣 water sludge

在锅炉炉水中析出呈悬浮状态或者在锅炉炉水流动缓慢部位沉淀的固体物质沉积物。

3.4

生物沉积 biological deposit

细菌、生物体等在热力设备中形成的附着物。

3.5

腐蚀产物 corrosion products

金属与介质发生化学反应或电化学反应的产物。

3.6

试样溶解 dissolving of sample

将固体试样用物理或化学方法分解，使待测定的成分（元素）溶解到溶液中。

3.7

多项分析试液 analytical sample of multiple steps

试样溶解后得到的用于多种成分测定的溶液。多项分析试液又称为待测试液。

3.8

人工合成试样 synthetic (artificial) sample

利用标准溶液或标准物质，模拟垢和腐蚀产物的主要成分，配制的已知各成分含量的试样。

4 一般规定

4.1 试剂和材料

4.1.1 标准中使用的试剂应符合国家标准有关化学试剂规格的规定。

4.1.2 试剂纯度应能满足垢样分析要求，标准中未注明试剂级别的应为分析纯试剂。

4.1.3 本标准中对仪器校正、试剂纯度、空白试剂的配制方法、有效数字及试剂加入量等的规定应符合 DL/T 502 的规定。

4.1.4 标准中的标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品的制备，除有特殊规定外，应符合 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定。

4.2 试剂水

试剂水指配制溶液、洗涤仪器、稀释水样及做空白试验所使用的水。标准中未注明的应符合 GB/T 6682 要求的二级试剂水。

4.3 方法的原理和化学反应

应简要叙述方法的基本原理，必要时应写出化学反应式。

4.4 试样及制备

应说明样品的来源与特征，如颜色、形态等。采集到的样品应具有代表性和均匀性，将采集到的样品经干燥、研磨或进行处理后混合均匀，装入广口瓶中，备用。

注：此处干燥指的是除去试样的外观水分。

5 垢和腐蚀产物分析程序

垢和腐蚀产物的各分析项目应是单独进行测定的，对测定顺序无一定要求，各测定项目可平行测定。通过以下分析方法对样品进行分析。

a) 半定量分析：使用荧光能谱分析仪对组成垢的各元素进行分析。

b) 定量分析方法：根据本系列分析方法对垢的主要化学成分进行定量分析；具体分析程序如图 1 和图 2 所示。

c) 物相分析：根据元素分析结果，使用 X 射线荧光分析仪对垢样的物相进行分析。但对于非晶形物质（如无定形 SiO_2 ）使用此方法无法测定。

注：对含油、灰的垢样应先灼烧，然后再溶样，否则溶样后上方漂浮一层悬浮物，影响分光光度分析。

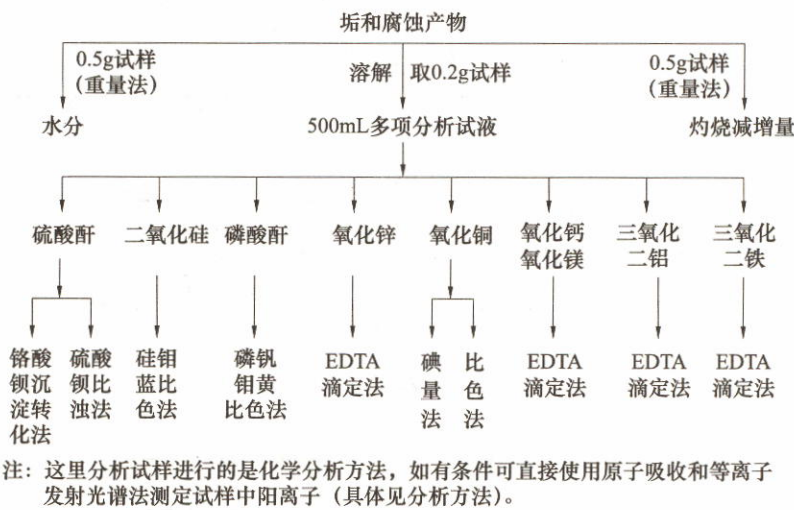


图 1 垢和腐蚀产物分析程序图

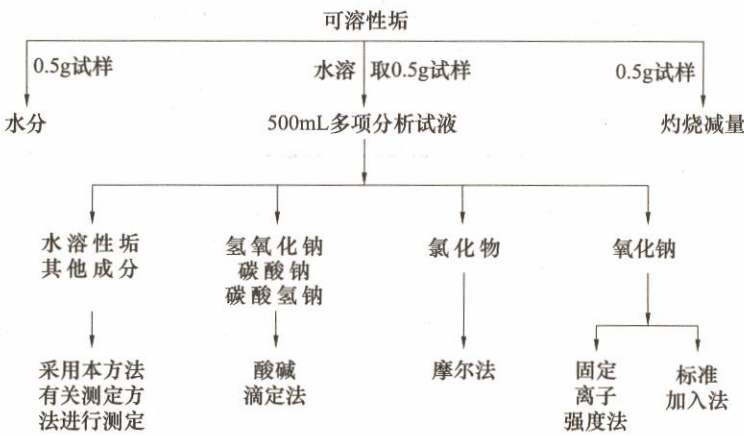


图 2 可溶性垢分析程序图

6 试验结果的表述

6.1 样品的信息

试验结果应包括垢样的下列各项信息：机组名称、机组容量、垢样名称、采样部位、采样日期、采样数量、采样人、厂名等。

6.2 样品的物理特性

试验结果的表述中还应包括垢样的物理特性，如颜色、形态等。

6.3 分析结果的校核

一个完整的垢样全分析应包括表 1 中的内容，表 1 中各项分析结果换算成高价氧化物表示的百分含量（X%）的总和，再进行灼烧减（增）量（S%）校正之后应在（100±5）%之内。

表 1 垢样分析报告中应包含的各项组分

测定项目	化学式	单 位
三氧化二铁	Fe ₂ O ₃	%
三氧化二铝	Al ₂ O ₃	%
氧化钙	CaO	%

表 1 (续)

测定项目	化学式	单 位
氧化镁	MgO	%
氧化钠	Na ₂ O	%
氧化钾	K ₂ O	%
氧化铜	CuO	%
氧化锌	ZnO	%
二氧化硅	SiO ₂	%
磷酸酐	P ₂ O ₅	%
硫酸酐	SO ₃	%
氯	Cl	%
灼烧增减量 (950℃)	—	%

ICS 27.100
F 24
备案号: 37331-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.2 — 2012
代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分: 试样的采集与处理

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 2: Sampling and dissolving method for scale and corrosion products

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言	11
引言	12
1 范围	13
2 规范性引用文件	13
3 试样的采集	13
4 分析试样的制备	13
5 试样的溶解（多项分析试液的制备）	13



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

第 1 部分：通则

第 2 部分：试样的采集与处理

第 3 部分：水分的测定

第 4 部分：灼烧减（增）量的测定

第 5 部分：三氧化二铁的测定

第 6 部分：三氧化二铝的测定

第 7 部分：铜的测定——分光光度法

第 8 部分：铜的测定——碘量法

第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定

第 10 部分：二氧化硅的测定

第 11 部分：氧化锌的测定

第 12 部分：磷酸酐的测定

第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法

第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法

第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备

第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定

第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定

第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定

第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定

第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定

第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法

第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 2 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了垢和腐蚀产物采样的步骤；

——偏硼酸锂熔融法；

——增加了氢氟酸溶样法。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本部分起草单位：西安热工研究院有限公司。

本部分主要起草人：史庆琳、田利、李荣晖、沈肖湘、戴鑫、王广珠、孙巍伟、彭章华。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

引 言

本部分是根据国能科技〔2009〕163号文的安排进行修订的。

对垢和腐蚀产物的分析是火力发电厂化学监督的重要内容之一。由于垢和腐蚀产物大多是些成分复杂的化合物或混合物，为保证分析结果能如实地反映热力设备结垢或腐蚀的情况，必须采取有代表性的试样，并使之完全分解。由于垢和腐蚀产物通常都是非均匀性的固体物质，而且在热力系统内分布往往也很不均匀，要采集到有充分代表性的试样困难很多，所以采集试样时，必须认真、细致，并严格地遵守有关规定，才能获得代表性的试样；试样的分解是垢和腐蚀产物分析操作的另一个重要环节，应针对不同的试样，选择分解试样的方法使试样完全分解。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 2 部分：试样的采集与处理

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物采集和溶解的方法。

本部分适用于热力系统内形成的水垢、水渣、盐垢和腐蚀产物的采集和溶解。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1115 火力发电厂机组大修化学检查导则

3 试样的采集

3.1 采样原则

应按 DL/T 1115 的规定采集。

3.2 采集试样的数量

采集量宜大于 4g。对于呈片状、块状等不均匀的试样，经破碎至规定粒度后逐级缩分的试样，取样量宜大于 10g。

3.3 采集试样的方法

3.3.1 挤压采样、割管采样时，若试样不易刮取，可用车床先将试样管的外壁车薄，然后再放在台钳上挤压变形，使附着在管壁上的试样脱落下来取得试样。

3.3.2 刮取试样时，可用硬纸或其他类似的物品承接，随后即应装入专用的广口瓶中存放并黏贴标签。标签上应注明设备名称、设备编号、取样部位、取样日期、取样人姓名等事项。

4 分析试样的制备

4.1 分析试样直接破碎成粒径 1mm 左右的试样后，用四分法进行缩分（若试样数量少于 8g 可以不缩分）。

4.2 取一部分缩分后的试样（不宜少于 2g），放在玛瑙研钵中研磨到试样全部通过 125 μ m 筛网（120 目）。

4.3 制备好的分析试样，应装入黏贴有标签的称量瓶中备用。其余没有研磨的试样，应放回原来的广口瓶中，妥善保存，作为复校对使用。

5 试样的溶解（多项分析试液的制备）

5.1 酸溶样法

5.1.1 方法概要

试样经盐酸、硝酸分解后，稀释至一定体积成为多项分析试液。本法对大多数碳酸盐垢、磷酸盐垢，可以溶解完全。但对于难溶的氧化铁垢、铜垢、硅垢往往留有少量酸不溶物，可以用碱溶方法，将酸不溶物溶解，再与酸溶物合并，并稀释至一定体积，成为多项分析试液。

5.1.2 酸溶样操作步骤

a) 称取分析试样 0.2g（称准到 0.000 2g），置于 100mL~200mL 烧杯中。

- b) 缓慢加入 15mL 浓盐酸, 盖上表面皿加热至试样完全溶解, 若有不溶物, 可再加浓硝酸 5mL, 继续加热至红棕色的二氧化氮气体消失。
- c) 冷却后加盐酸溶液 (1+1) 10mL, 加热至试样溶解。
- d) 加试剂水 100mL。若溶液透明, 说明试样已完全溶解, 将溶液转入 500mL 容量瓶中, 用试剂水稀释至刻度。此溶液为多项分析试液。
- e) 若经上述加硝酸处理后, 仍有少量酸不溶物, 可按本部分 5.1.3 方法测定酸不溶物含量, 并按本部分 5.1.4 方法完成多项分析试样的制备。

5.1.3 酸不溶物的测定方法

- a) 将酸不溶物过滤, 用热试剂水洗涤干净 (用 5% 硝酸银检验无氯离子), 将滤液和洗涤液收集于 500mL 容量瓶中, 用试剂水稀释至刻度。此溶液为多项分析试液。
- b) 洗净的酸不溶物连同滤纸放入已恒重的坩埚中, 在电炉上彻底灰化; 放入 800℃~850℃ 高温炉中灼烧 30min, 取出坩埚在空气中稍冷却后移入干燥器中冷却到室温称重, 如此反复操作直至恒重。
- c) 酸不溶物 (X) 的含量 (%) 按式 (1) 计算, 即

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

m_1 ——坩埚和酸不溶物质量, g;

m_2 ——坩埚质量, g;

m ——试样的质量, g。

5.1.4 用碱熔法将酸不溶物分解

将酸不溶物过滤, 用热试剂水洗涤数次。将滤液和洗涤液一并转入 500mL 容量瓶中。洗净的酸不溶物连同滤纸放入坩埚中, 经炭化、灰化后, 按本部分 5.2 或本部分 5.3 的操作将酸不溶物分解, 把熔融物提取液合并于上述 500mL 容量瓶中, 用试剂水稀释至刻度。此溶液为多项分析试液。

5.2 氢氧化钠熔融法

5.2.1 方法概要

试样经氢氧化钠熔融后, 用热试剂水提取, 用盐酸酸化、溶解, 制成多项分析试液。

5.2.2 氢氧化钠熔融操作步骤

- a) 称取干燥的分析试样 0.2g (称准至 0.2mg), 置于盛有 1g 氢氧化钠的银坩埚中, 加 1 滴~2 滴酒精润湿, 手拿坩埚, 在桌上轻轻地振动, 使试样黏附在氢氧化钠的颗粒上面。
- b) 再覆盖 2g 氢氧化钠, 加盖后置于 50mL 瓷舟中放入高温炉中, 由室温缓慢升温至 700℃~750℃, 在此温度下保温 20min 取出坩埚, 并冷却至室温将银坩埚放入聚乙烯烧杯中, 并置于沸腾的水浴锅里。
- c) 在水浴锅里加热 5min~10min, 充分地浸取熔块, 待熔块浸散后, 取出银坩埚, 用装有热试剂水的洗瓶冲洗坩埚内、外壁及盖。
- d) 在不断搅拌下, 迅速加入 20mL 浓盐酸再继续在水浴里加热 5min。
- e) 此时熔块完全溶解, 溶液透明, 将此溶液冷却后, 转入 500mL 容量瓶中, 用试剂水稀释至刻度。此为多项分析试液。
- f) 若有少量不溶物时, 可将已溶解的透明清液倾入 500mL 容量瓶中, 再加 3mL~5mL 浓盐酸和 1mL 浓硝酸, 继续在沸水浴里加热溶解不溶物待所有不溶物完全溶解后, 将此溶液合并于 500mL 容量瓶中, 用试剂水 (先用盐酸将试剂水调整 pH 值不大于 2) 稀释至刻度。此为多项分析试液。

5.3 碳酸钠熔融法

5.3.1 方法概要

试样经碳酸钠熔融分解后，用试剂水浸取熔融物，加酸溶解制成多项分析试液。

5.3.2 碳酸钠熔融操作步骤

- 称取干燥的试样 0.2g (称准至 0.000 2g) 置于装有 1.5g 研细的无水碳酸钠的铂坩埚中。
- 用铂丝混匀，再用 0.5g 碳酸钠将试样覆盖，加盖后，将铂坩埚置于 30mL 或 50mL 瓷坩埚中，放入高温炉中，由室温缓慢升温至 $950^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ ，在此温度下熔融 2h~2.5h。
- 取出坩埚，冷却至室温，将铂坩埚放入聚乙烯烧杯中，加 70mL~100mL 煮沸的试剂水，置于沸水浴上加热 10min 以浸取熔块。
- 待熔块浸散后，用装有热试剂水的洗瓶冲洗坩埚内外壁及盖，在搅拌下，迅速加入 10mL~15mL 浓盐酸，在水浴里加热 5min~10min。
- 此时，溶液应清澈、透明。冷却至室温后转入 500mL 容量瓶，用试剂水稀释至刻度。此溶液为多项分析试液。若有少量不溶物，可按本部分 5.2.2 规定的加盐酸和硝酸的有关操作进行处理，直到不溶物完全溶解，制成多项分析试液。

5.4 偏硼酸锂熔融法

5.4.1 方法概要

试样经偏硼酸锂熔融分解后，用试剂水浸取熔融物，加酸溶解制成多项分析试液。本方法制成的待测试液除测定铁、铝、钙、铜等氧化物外，还可测定氧化钠、氧化钾。

5.4.2 偏硼酸锂熔融操作步骤

- 称取干燥的分析试样 0.2g (称准至 0.000 2g) 于称量瓶中，加入约 0.3g 偏硼酸锂，搅拌均匀。
- 将混合物置于已铺有一层偏硼酸锂的铂坩埚中，并在混合物上盖一层偏硼酸锂，两次偏硼酸锂的加入量约为 0.5g。
- 盖好盖，将铂坩埚移入高温炉，逐渐升温至 $980^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ ，保持 15min~20min。
- 取出铂坩埚，趁熔融物还是液态时，摇动铂坩埚，使其分布于坩埚壁上，形成薄层，立即将坩埚底部浸入水中骤冷，熔融物爆裂，加数滴水，水将渗入到裂缝中。
- 将坩埚盖和坩埚放入 100mL 玻璃烧杯中，在铂坩埚内放一磁力搅拌器，再加入 70℃ 左右的热盐酸 (1+1) 25mL。
- 将烧杯放在能加热的磁力搅拌器上，在加热情况下搅拌 10min。
- 待熔融物完全溶解后，将坩埚内的溶液倒入烧杯中，用水冲洗铂坩埚和盖，将溶液移入 500mL 容量瓶中用水稀释至刻度，此为多项分析试液。

5.5 氢氟酸—硫酸溶解法

5.5.1 方法概要

在酸溶样或熔融样中，一些成分在溶样时分解，而不能测定。因此，除了测定酸溶样外，尚须测定水溶解试样，将这些成分测定出来。这部分样品一般只采用水溶解，对于确不溶于水而又不适合采用常规酸溶或碱熔融法进行的样品可采用氢氟酸—硫酸法进行分解，制得的待测试液适用于测定除二氧化硅、氢氧化钠、碳酸盐、重碳酸盐等以外所有项目。

5.5.2 氢氟酸—硫酸溶解操作步骤

- 称取 0.5g (称准至 0.000 2g) 测定过水分的试样，放入 30mL 铂坩埚或铂蒸发皿中。
- 加入 5mL 浓氢氟酸、5mL 浓硫酸，于通风橱中在低温电炉上缓慢加热，直到白烟冒完为止。
- 将坩埚外部擦干净，放入玻璃烧杯中，加入约 100mL 约 60℃ 的试剂水，浸取干涸物。
- 待干涸物全部溶解，取出坩埚，用 60℃ 的试验水淋洗坩埚内外壁三次。待溶液自然冷却至室温，转入 500mL 容量瓶中，用试剂水稀释至刻度，摇匀备用。

注：若确需用酸分解时，应尽可能减少新的干扰因素。如测定氯离子的试样，不能用盐酸、王水分解试样。测定二氧化硅试液，不能用氢氟酸分解试样。

5.6 酸洗法

在管壁垢样量很少，无法按本部分 3.3 采集时，应按 DL/T 1115 规定，测定酸洗液中成分含量，且应减去空白。

ICS 27.100

F 24

备案号: 37332-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.3 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 3 部分: 水分的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 3: determination of moisture content

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言	19
1 范围	20
2 规范性引用文件	20
3 方法概要	20
4 仪器设备	20
5 分析步骤	20
6 结果的表述	20
7 测定结果的允许差	21



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 3 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了前言；
- 增加了范围和规范性引用文件；
- 增加了仪器设备；
- 增加了测定结果的允许差。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：宁夏电力公司、电力科学研究院。

本部分主要起草人：李红梅、陈浩、孔胜杰。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第3部分：水分的测定

1 范围

本部分规定了垢和腐蚀产物试样水分的测定方法。

本部分适用于垢和腐蚀产物试样水分的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第1部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第2部分：试样的采集与处理

3 方法概要

垢和腐蚀产物试样所含水分在 105℃干燥时脱水，通过测定试样减少的质量可测定水分。

4 仪器设备

4.1 玻璃称量瓶：直径 40mm，高 25mm，并带有严密的磨口盖。

4.2 分析天平：感量 0.1mg。

4.3 恒温鼓风干燥箱：最高工作温度 250℃，控温精度±1℃。

5 分析步骤

5.1 本部分所使用样品的采集和制备应符合 DL/T 1151.1 和 DL/T 1151.2 的要求。

5.2 分析步骤。

5.2.1 用预先在 110℃恒重的称量瓶，迅速称取分析试样 0.5g~1.0g（称准至 0.2mg），平摊在称量瓶中。

5.2.2 打开称量瓶盖，放入预先鼓风并已加热到 105℃~110℃的干燥箱中，在鼓风条件下干燥 2h。

5.2.3 从干燥箱中取出称量瓶，立即盖好瓶盖，在空气中冷却约 2min，然后放在干燥器内冷却至室温（约 20min），迅速称其质量（称准至 0.2mg）。

5.2.4 再在 105℃~110℃烘箱内烘 1h，取出称量瓶，按本部分 5.2.3 进行称量，两次称量之差不超过 0.4mg 则为恒重。

6 结果的表述

试样中水分 x （%）按式（1）计算，即

$$x = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

m_1 ——干燥前试样与称量瓶的总质量，g；

m_2 ——干燥后试样与称量瓶的总质量，g；

m ——试样的质量，g。

7 测定结果的允许差

测定结果允许差如表 1 所示。

表 1 水分测定结果的允许差

含量范围	同一试验室	不同试验室
$\leq 1\%$	0.01%	0.02%

ICS 27.100

F 24

备案号: 37333-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.4 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 4 部分: 灼烧减 (增) 量的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 4: determination of the loss(increase) on ignition

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言 25

1 范围 26

2 规范性引用文件 26

3 方法概要 26

4 仪器设备 26

5 分析步骤 26

6 测定结果的允许差 27

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 4 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了前言；
- 增加了范围和规范性引用文件；
- 增加了仪器设备；
- 增加了测定结果的允许差。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：宁夏电力公司电力科学研究院。

本部分主要起草人：孔胜杰、宋建华、李红梅。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第4部分：灼烧减（增）量的测定

1 范围

本部分规定了垢和腐蚀产物试样在 450℃ 和 900℃ 灼烧减（增）量测定方法。

本部分适用于垢和腐蚀产物试样灼烧减（增）量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第1部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第2部分：试样的采集与处理

3 方法概要

垢和腐蚀产物试样灼烧时，由于水分脱出，有机物燃烧，碳酸盐等化合物分解，金属或低价元素氧化等，使得灼烧后的试样质量有所变化。有的质量减少，有的质量增加。质量减少叫灼烧减量，反之叫灼烧增量。

4 仪器设备

4.1 高温炉：最高温度 1200℃，控温精度 ±2℃。

4.2 瓷舟：长方形，底长 45mm，宽 22mm，高 14mm。

4.3 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

4.4 分析天平：感量 0.1mg。

5 分析步骤

5.1 本部分所使用样品的采集和制备应符合 DL/T 1151.1 和 DL/T 1151.2 的要求。

5.2 450℃ 灼烧减（增）量分析步骤。准确称取 0.5g~1.0g 分析试样（称准至 0.2mg），平铺于预先在 900℃ 灼烧至恒重的瓷舟内，记录样品和瓷舟的总质量（ m_1 ）。将瓷舟放入 450℃ ±5℃ 的高温炉中，灼烧 1h，然后放入干燥器中冷却至室温，并迅速称其质量，再将瓷舟放入 450℃ ±5℃ 的高温炉中，灼烧 20min，然后放入干燥器中冷却至室温，并迅速称其质量，反复灼烧直至恒重（ m_2 ）。450℃ 灼烧减（增）量 X_1 （%）按式（1）计算，即

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

m_1 ——灼烧前试样和瓷舟的总质量，g；

m_2 ——灼烧后试样和瓷舟的总质量，g；

m ——试样质量，g。

5.3 900℃ 灼烧减（增）量分析步骤。把已测定过 450℃ 灼烧减（增）量的试样（连同瓷舟）置于 900℃ ±5℃ 的高温炉中灼烧 1h，取出放入干燥器中，冷却至室温，迅速称其质量。再将瓷舟放入 900℃ ±5℃

的高温炉中，灼烧 20min，然后放入干燥器中冷却至室温，并迅速称其质量，反复灼烧直至恒重 (m_3)。900℃灼烧减(增)量 X_2 (%) 按式 (2) 计算，即

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

m_2 ——测定过 450℃灼烧减量的试样和瓷舟的总质量，g；

m_3 ——在 900℃灼烧后的试样和瓷舟的总质量，g；

m ——试样质量，g。

6 测定结果的允许差

同一实验室内分析结果的允许差不应大于 0.3%，不同实验室间分析结果的允许差不应大于 0.5%。

ICS 27.100

F 24

备案号: 37334-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.5 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 5 部分: 三氧化二铁的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 5: determination of iron oxide

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言	31
1 范围	32
2 规范性引用文件	32
3 方法概要	32
4 干扰	32
5 试剂	32
6 分析步骤	33
7 结果的表述	33
8 测定结果的允许差	33



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 5 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了“4 干扰”；
- 修订了磷酸根干扰测定时的含量；
- 修订了标定 EDTA 溶液对铁滴定度的方法；
- 修订了分析步骤中有关 pH 值调节的要求；
- 对试剂、水、储备液、标准溶液进行了规范。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：河南电力试验研究院。

本部分主要起草人：刘新霞、谢慧、赵瑞菊、李长鸣、吴文龙、王锋涛、常亮。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 5 部分：三氧化二铁的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中三氧化二铁的测定方法。

本部分适用于测定火力发电厂垢和腐蚀产物中三氧化二铁的含量。

2 规范性引用文件

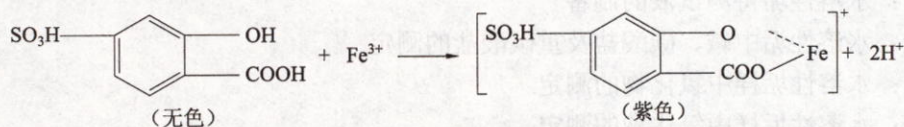
下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本 (包括所有的修改单) 适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第1部分: 通则

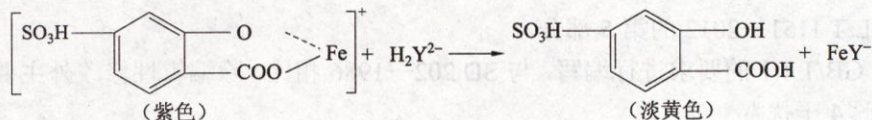
DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第2部分：试样的采集与处理

3 方法概要

试样中的铁经过溶解处理后，以铁(III)的形式存在于溶液中。在 pH 值为 1~3 的酸性溶液中，铁(III)与磺基水杨酸形成紫色络合物，反应式如下：



磺基水杨酸与铁形成的络合物没有 EDTA 与铁形成的络合物稳定,因而在用 EDTA 标准溶液滴定时,磺基水杨酸—铁络合物中的铁被 EDTA 逐步置换出来。滴定到终点时磺基水杨酸被全部游离出来,使溶液的紫色变为淡黄色(铁含量低时呈无色)。



4 干扰

铝、锌、钙、镁等离子均不干扰测定。但是,在滴定溶液中,铜含量大于 0.08mg、镍含量大于 0.03mg 时,干扰测定,使测定结果偏高;滴定溶液中磷酸根含量大于 3.3mg 时,干扰测定。对于铜、镍的干扰,可用加邻啡罗啉方法消除;对磷酸根干扰,可采用少取试样的方法消除。

5 试剂

5.1 试剂和水：符合 DL/T 1151.1 的要求。

5.2 铁标准溶液 (1mL 含 1mg Fe_2O_3): 准确称取优级纯还原铁粉或纯度在 99.99% 以上的纯铁丝 0.699 4g, 也可称取已在 800℃ 灼烧恒重的优级纯三氧化二铁 1.000g, 置于 100mL 烧杯中。加水 20mL, 加盐酸溶液 (1+1) 50mL, 缓慢加热溶解。当完全溶解后, 加过硫酸铵 0.1g~0.2g, 煮沸 3min, 冷却至

室温, 移入 1000mL 容量瓶, 用水稀释至刻度。

5.3 盐酸溶液: 1+1。

5.4 盐酸溶液: 2mol/L。量取密度为 1.19g/mL 的优级纯盐酸 180mL, 稀释至 1000mL。

5.5 100g/L 磺基水杨酸指示剂: 称取 10g 磺基水杨酸溶于水中, 稀释至 100mL。

5.6 氨水溶液: 1+1。

5.7 邻啡罗啉溶液 (1g/L): 称取 0.5g 邻啡罗啉溶解于水中, 稀释至 500mL。

5.8 EDTA 标准溶液: 称取 EDTA[乙二胺四乙酸二钠 ($C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$)] 1.9g, 溶于 200mL 水中, 溶液移入 1000mL 容量瓶, 并稀释至刻度, 摇匀。

标定 EDTA 溶液对铁的滴定度: 准确吸取铁标准溶液 (1mL 含 1mg Fe_2O_3) 5mL, 加水稀释至 100mL, 按本部分 6.1 (不需加邻啡罗啉) 标定 EDTA 溶液对铁的滴定度。

EDTA 溶液对铁 (Fe_2O_3) 的滴定度 T 按式 (1) 计算, 即

$$T = \frac{CV}{a} \quad (1)$$

式中:

C ——铁标准溶液的浓度, mg/mL;

V ——取铁标准溶液的体积, mL;

a ——标定所消耗 EDTA 溶液的体积, mL。

6 分析步骤

6.1 吸取按 DL/T 1151.2 规定制备的多项分析试液 V mL (含 0.5mg Fe_2O_3 以上), 注入 250mL 锥形瓶中, 补加试剂水到 100mL。

6.2 加 100g/L 磺基水杨酸指示剂 1mL, 滴加氨水 (1+1) 并充分摇动至溶液由紫色变为橙色 (pH 值约为 8)。

6.3 加 2mol/L 盐酸溶液 1mL~2mL, 调节 pH 值为 1.8~2.0 (用精密 pH 试纸检验), 加入 1g/L 邻啡罗啉 5mL, 加热至 70℃左右, 趁热用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为浅黄色 (铁含量低时为无色) 即为终点。

注: 滴定完毕时溶液温度应在 60℃左右。

7 结果的表述

试样中三氧化二铁的含量 $X_{Fe_2O_3}$ (%) 按式 (2) 计算, 即

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{Ta}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

T ——EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度, mg/mL;

a ——滴定消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, mg;

V ——吸取待测试液的体积, mL。

8 测定结果的允许差

三氧化二铁测定结果的允许差见表 1。

表 1 三氧化二铁测定结果的允许差

三氧化二铁的含量 %	同一实验室 %	不同实验室 %
≤5	0.3	0.6
5~10	0.4	0.8
10~20	0.5	1.0
20~30	0.6	1.1
30~50	0.8	1.5
50 以上	1.1	2.0



ICS 27.100

F 24

备案号: 37335-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.6 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 6 部分: 三氧化二铝的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 6: determination of aluminum oxide

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	37
1 范围	38
2 规范性引用文件	38
3 方法概要	38
4 干扰	38
5 试剂	38
6 分析步骤	39
7 结果的表述	40
8 测定结果的允许差	40

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 6 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了“4 干扰”；
- 增加了试剂的配制方法；
- 对试剂、水、储备液、标准溶液进行了规范；
- 删除了原注 2、注 4 的内容。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：河南电力试验研究院。

本部分主要起草人：冯宾、谢慧、王少俊、张雪盈、王卫军、吴文龙、张春雷。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 6 部分：三氧化二铝的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中三氧化二铝含量的测定方法。

本部分适用于测定火力发电厂垢和腐蚀产物中三氧化二铝的含量。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

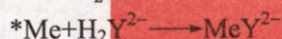
DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：试样的采集与处理

3 方法概要

在 pH 值为 4.5 的溶液中，加入过量的 EDTA 溶液，除铝与 EDTA 络合外，铜、锰、亚铁、镍及高铁、锡、钛等离子均与 EDTA 生成稳定络合物。用铜标准溶液回滴过剩的 EDTA，以 PAN：1-(2-吡啶偶氮) 2-萘酚作指示剂，终点颜色由淡黄色变为紫红色。然后加入适量的氟化物，置换出与铝、钛络合的 EDTA，再次用铜标准溶液滴定，终点由黄色变为紫红色，其反应式如下：

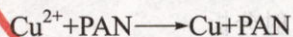
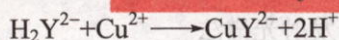
加 EDTA



加氟化钠



滴定时



(黄色) (紫红色)

*Me 代表钙、镁、铜、锌等二价离子。

4 干扰

垢和腐蚀产物中常见的成分（离子）均不干扰测定。在测定条件下，钛（IV）、锡（IV）干扰测定，使测定结果偏高。通常，试样中这些元素含量甚微，对测定结果无明显影响。由于氟离子与铁离子能生成 $(\text{FeF}_6)^{3-}$ 络离子，可能使 EDTA-Fe 络合物破坏，从而影响铝的测定。为避免此现象发生，需控制氟离子的含量，控制煮沸时间，并加少量硼酸，使多余的氟离子形成 BF_4 。为使试样分解完全，对含有硅铝等的复杂垢样宜用熔融法进行试样分解。

5 试剂

5.1 试剂和水：应符合 DL/T 1151.1 的要求。

5.2 乙酸-乙酸铵缓冲溶液（pH 值为 4.5）：称取 77g 乙酸铵溶于约 300mL 水中，加入 200mL 冰乙酸，移入 1000L 容量瓶，用水稀释至刻度。

5.3 硫酸溶液：1+1。

- 5.4 盐酸溶液：1+9。
- 5.5 盐酸溶液：1+1。
- 5.6 盐酸溶液：2mol/L。量取密度为 1.19g/mL 的优级纯盐酸 180mL，稀释至 1000mL。
- 5.7 10g/L 酚酞指示剂：称取 1g 酚酞溶于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至 100mL。
- 5.8 4g/L PAN 指示剂：称取 0.4g 1-(2-吡啶偶氮) 2-萘酚溶解于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至 100mL。
- 5.9 饱和氟化钠溶液：称取 60g 氟化钠溶于 1000mL 沸水中，冷却至室温，用快速滤纸过滤，滤液储存于聚乙烯塑料瓶中。
- 5.10 硼酸（固体）。
- 5.11 EDTA 溶液：5g/L。
- 5.12 氨水溶液：1+1。
- 5.13 铝标准溶液（1mL 含 1mg Al_2O_3 ）：取少量高纯铝片置于小烧杯中，用盐酸溶液（1+9）浸泡几分钟，使铝片表面氧化物溶解。先用试剂水洗涤数次，再用无水乙醇洗数次，放入干燥器中干燥。准确称取处理过的铝片 0.5293g，置于 150mL 烧杯中。加优级纯氢氧化钾 2g，试剂水约 10mL，待铝片溶解后，用盐酸（1+1）酸化，先产生氢氧化铝沉淀，继续加盐酸溶液（1+1），使沉淀物完全溶解后，再加 10mL 盐酸溶液（1+1）冷却至室温，移入 1000mL 容量瓶，用水稀释至刻度。
- 5.14 铝工作溶液（1mL 含 0.1mg Al_2O_3 ）：准确地取上述标准溶液（1mL 含 1mg Al_2O_3 ）10mL，注入 100mL 容量瓶，用水稀释至刻度。
- 5.15 铜储备溶液（1mL 含 1mg CuO）：称取硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）3.1g（称准至 1mg），溶于 300mL 水中，加硫酸溶液（1+1）1mL，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。
- 5.16 铜工作溶液（1mL 含 0.2mg CuO）：取铜储备液（1mL 含 1mg CuO）200mL，用水稀释至 1L。该溶液对氧化铝的滴定度按下述测定方法标定。取铝工作溶液（1mL 含 0.1mg Al_2O_3 ）5mL 注入 250mL 锥形瓶，加水至 100mL，按本部分 6.1~6.5 测定方法进行标定。

铜工作溶液对铝（ Al_2O_3 ）的滴定度 T 按式（1）计算，即

$$T = \frac{CV}{a} \quad (1)$$

式中：

C ——铝工作溶液浓度，mg/mL；

V ——取铝工作溶液的体积，mL；

a ——标定消耗铜工作溶液的体积，mL。

6 分析步骤

- 6.1 吸取按 DL/T 1151.2 的规定制备的多项分析试液 V mL（含 0.05mg Al_2O_3 以上），注入 250mL 锥形瓶中，加水至 100mL 左右。
- 6.2 加 5g/L EDTA 溶液 10mL，加 10g/L 酚酞指示剂 2 滴，以氨水（1+1）中和至溶液微红，滴加 2mol/L 盐酸溶液使红色刚好退去，再多加 4 滴。
- 6.3 加乙酸-乙酸铵缓冲溶液 5mL，加 4g/L PAN 指示剂 3 滴，溶液为黄色，于电炉上加热至沸腾，取下稍冷。
- 6.4 用铜储备溶液（1mL 含 1mg CuO）滴定，接近终点时（溶液呈淡黄色）改用铜工作溶液（1mL 含 0.2mg CuO）滴定到紫红色（不计读数，但应滴准）。
- 6.5 加饱和氟化钠溶液 5mL，硼酸约 0.1g，再于电炉上加热至沸腾，取下稍冷，用铜工作溶液（1mL 含 0.2mg CuO）滴定至由黄色变为紫红色即为终点，记录消耗铜工作溶液的体积 a （mL）。

注 1：在本测定中，每次所取试样为 4mg（取多项分析试液 10mL）。若取样量超过 4mg，为保证 Al^{3+} /EDTA 摩尔比

不变, 应适当增加 5g/L EDTA 溶液加入量。在一般情况下, 取样量增加 4mg, 5g/L EDTA 溶液加入量应增加 10mL。

注 2: 用铜盐滴定时, 颜色变化与试样中铜、铁含量和指示剂的保存情况有关, 颜色变化有时由黄色变绿色, 再变为紫蓝色。

7 结果的表述

试样中氧化铝 (Al₂O₃) 的含量 $X_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ (%) 按式 (2) 计算, 即

$$X_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{Ta}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \tag{2}$$

式中:

T ——铜工作溶液对氧化铝的滴定度, mg/mL;

a ——第二次滴定时消耗铜工作溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, mg;

V ——待测试液的体积, mL。

8 测定结果的允许差

三氧化二铝测定结果的允许差见表 1。

表 1 三氧化二铝测定结果的允许差

氧化铝的含量 %	同一实验室 %	不同实验室 %
≤2	0.3	0.6
2~5	0.4	0.8
5~10	0.5	1.0
≥10	0.6	1.2

ICS 27.100

F 24

备案号: 37336-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.7 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 7 部分: 铜的测定——分光光度法

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 7: determination of copper—spectrometric method

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	43
1 范围	44
2 规范性引用文件	44
3 方法提要	44
4 干扰物质	44
5 试剂	44
6 仪器	45
7 分析步骤	45
8 结果的表述	45
9 测定结果的允许差	46



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 7 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 氨水调节 pH 值，用精密 pH 试纸检测，不再加入中性红试剂；
- 所加试剂减为两种，即柠檬酸氢二铵和双环己酮草酰二胺；
- 双环己酮草酰二胺浓度进行了调整。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：西安热工研究院有限公司。

本标准主要起草人：田利、史庆琳、沈肖湘、孙巍伟、王广珠、彭章华。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第7部分：铜的测定——分光光度法

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中铜的测定方法。

本部分适用于热力系统内聚集的水垢、盐垢、水渣和腐蚀产物中铜的测定，也适用于某些化学清洗液中铜含量的分析测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

DL/T 502 火力发电厂水汽分析方法

DL/T 1151.1 火电厂垢和腐蚀产物分析方法 第1部分：通则

3 方法提要

Cu^{2+} 在pH值为8.5~9.2时与双环己酮草酰二脒反应生成天蓝色的络合物，此络合物最大吸收波长为600nm。在波长600nm处测量试液吸光度，可求出铜含量。待测试液中铜含量大于0.05mg/L时，工作波长使用650nm。

4 干扰物质

此方法在下列成分不超过其相应限度的情况下使用：

Cr^{3+} 含量，<2.5mg/L；

镍含量，<20mg/L；

钴含量，<1mg/L；

Mn^{2+} 含量，<25mg/L；

钒含量，<20mg/L；

钛含量，<37.5mg/L。

添加酒石酸铵溶液可以消除锡及铅的干扰。

5 试剂

5.1 试剂水和试剂：应符合DL/T 1151.1的要求。

5.2 柠檬酸氢二铵溶液（200g/L）：称取柠檬酸氢二铵100g溶于约400mL水中，加氨水（1+1），调节pH值至8.5~9.2，加水至500mL。

5.3 氨水（1+1）。

5.4 硝酸（1+1）。

5.5 双环己酮草酰二脒溶液（3g/L）：称取双环己酮草酰二脒1.5g，加乙醇200mL，在水浴中加热溶解。

有不溶解物时，过滤，加水至 500mL。

5.6 铜标准溶液 I（1mL 含 0.1mg CuO）：准确称取 0.079 8g 高纯铜（含铜 99.9%以上），加入 20mL 硝酸，煮沸，去除氮氧化物，冷却后定量转移至 1000mL 容量瓶，稀释至刻度。

5.7 铜标准溶液 II（1mL 含 0.01mg CuO）：准确移取铜标准溶液 I 10.00mL 放入 100mL 容量瓶，用试剂水稀释至刻度。

6 仪器

分光光度计，配有 30，10mm 比色皿。

7 分析步骤

7.1 工作曲线的绘制

7.1.1 按表 1 用移液管分别移取铜标准溶液 0mL~5mL 至一组 50mL 容量瓶中。

表 1 铜工作液配制

测定范围 mg	工作溶液浓度 mg/mL	加入工作溶液的体积 mL						波长 nm	比色皿 mm
0~0.05	0.01	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	600	30
>0.05	0.1	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	650	10

7.1.2 加柠檬酸氢二铵溶液 5mL，摇匀。

注：酒石酸铵溶液（100g/L）可以替代柠檬酸氢二铵溶液，如果加 10mL 酒石酸铵溶液，即可去除锡 10mg、铅 100mg 以内的干扰。

7.1.3 加双环己酮草酰二胺溶液 5mL，滴加氨水调节 pH 值至 8.5~9.2[可使用百里酚蓝（pH 值为 8.0~9.6）或者甲酚红紫（pH 值为 7.4~9.0）精密 pH 试纸检验]。

7.1.4 加水至刻度，摇匀，放置约 5min。

7.1.5 以试剂空白为参比，根据铜的测定范围选用适当的波长和比色皿，测定吸光度。

7.1.6 绘制铜含量和吸光度的工作曲线，工作曲线的相关系数应大于 0.999。

7.2 样品的测定

7.2.1 取多项分析试液 VmL（使显色液的最终体积小于 50mL），注入 50mL 容量瓶中。

7.2.2 按本部分 7.1.2~7.1.5 步骤显色，测定吸光度。

7.2.3 根据测得的吸光度，根据工作曲线计算氧化铜含量 m_{CuO} 。

8 结果的表述

垢样中氧化铜（CuO）的含量 X （%）按式（1）计算，即

$$X_{CuO} = \frac{m_{CuO}}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \tag{1}$$

式中：

X_{CuO} ——垢样中的氧化铜，%；

m_{CuO} ——从工作曲线上查得的氧化铜含量，mg；

V ——取待测试液的体积，mL；

m ——称取垢样的质量，mg；

500 ——定容体积，mL。

9 测定结果的允许差

测定结果的允许差如表 2 所示。

表 2 测定结果允许差

垢样中氧化铜含量 %	同一实验室 %	不同实验室 %
小于 5	0.3	0.6
5~10	0.4	0.8
10~20	0.5	1.0
20~50	0.8	1.5
>50	1.0	1.8

ICS 27.100

F 24

备案号: 37337-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.8 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 8 部分: 铜的测定——碘量法

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 8: determination of copper—iodimetry

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	49
1 范围	50
2 规范性引用文件	50
3 方法概要	50
4 干扰	50
5 试剂	50
6 分析步骤	51
7 结果的表述	51
8 测定结果的允许差	51

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 8 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了方法的检出限；

——增加了可选的 PAV 指示剂；

——增加了准确度章节。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：湖北省电力公司电力试验研究院。

本部分主要起草人：刘绍银、张莹、李善风、唐从明。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 8 部分：铜的测定——碘量法

1 范围

本部分规定了测定铜垢、铜铁垢中铜（以氧化铜计）含量的测定方法。

本部分适用于火力发电厂垢和腐蚀产物中铜的测定，对制备的液体样品而言，当取样量 25mL 时，方法的检出限为 2mg/L。

其他类似样品可参照使用。

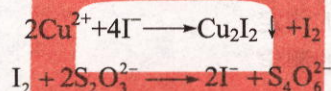
2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

3 方法概要

在微酸性介质中，铜（II）可用碘化钾还原为铜（I），生成碘化亚铜沉淀，同时析出等量的游离碘（I₂）。用硫代硫酸钠标准溶液滴定游离碘，以淀粉为指示剂，溶液蓝色消退即为终点，其反应式为



4 干扰

铁（III）干扰测定，可用掩蔽剂进行掩蔽，消除其干扰。

5 试剂

5.1 本部分中涉及的试剂和水应符合 DL/T 1151.1 的要求。

5.2 铜标准溶液（1mL 含 1mg CuO）：称取 0.798 9g 金属铜（优级纯及以上）置于 200mL 烧杯中，加硝酸溶液（1+1）10mL，在电炉上加热使其溶解，并继续加热至冒烟为止（除尽二氧化氮），加试剂水 100mL，溶解干涸物，冷却后以试剂水稀释至 1L。

5.3 氨水（1+1）。

5.4 氟化氢铵（固体）。

5.5 碘化钾（固体）。

5.6 0.5% 淀粉指示剂：称取可溶性淀粉 0.5g，置于玛瑙研钵中，加少量试剂水研磨成糊状物，徐徐加入到 100mL 煮沸的试剂水中，继续煮沸 1min，冷却后备用。该试剂不宜存放，应在使用时配制。

注：可用 0.1% 聚乙烯醇取代淀粉指示剂，长期存放。由于聚乙烯醇难溶于水，配制时用热水溶解，并不停搅拌至完全溶解。使用该指示剂时，无需配制 10% 硫氰酸铵。

5.7 10% 硫氰酸铵溶液。

5.8 硫代硫酸钠标准溶液 (1mL 约相当于 1mg CuO): 称取硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 5g, 溶于煮沸并冷却的试剂水中, 稀释至 1L。将该溶液储存于具有磨口塞的棕色瓶中, 放置 7 日后, 过滤、标定。必要时, 可稀释使用。

5.9 硫代硫酸钠标准溶液对氧化铜的滴定度标定。吸取铜标准溶液 10mL, 注入 250mL 锥形瓶中, 补加试剂水至 50mL, 滴加氨水 (1+1) 至铜氨络离子的蓝色出现, 按本部分 6.2~6.3 完成滴定。硫代硫酸钠的滴定度按式 (1) 计算, 即

$$T = \frac{Ca}{V} \quad (1)$$

式中:

T ——硫代硫酸钠标准溶液对氧化铜的滴定度, mg/mL;

C ——铜标准溶液的含量, mg/mL;

a ——取铜标准溶液的体积, mL;

V ——标定时消耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL。

6 分析步骤

6.1 吸取多项分析液 V mL (含铜量大于 0.5mgCuO), 注入 250mL 锥形瓶, 补加试剂水至 50mL, 滴加氨水 (1+1) 至氢氧化铁沉淀, 或者有铜氨络离子的颜色 (蓝色) 出现, 并且应微有氨味。

6.2 加氟化氢铵 1g。当沉淀物全部溶解后加碘化钾 4g (CuO 含量低于 5% 时, 加 2g 即可), 摇匀, 在暗处放置 5min。

6.3 用硫代硫酸钠标准溶液滴定。当接近终点时 (溶液颜色淡黄), 加入 5mL 淀粉指示剂。当滴至蓝褐色将消失时, 加硫氰酸铵 5mL, 继续滴定至蓝紫色突然消失, 即为终点。铜含量低, 消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积小于 1mL 时, 应使用微量滴定管。

注: 使用 0.1% 聚乙烯醇 (17-88) 作指示剂时, 加入量为 10mL, 此时无需加入硫氰酸铵。用硫代硫酸钠滴定时, 颜色从红色变为无色为终点。

6.4 取 50mL 试剂水, 按测定步骤进行空白试验。

7 结果的表述

试样中铜含量 (以 CuO 表示) X_{CuO} (%) 按式 (2) 计算, 即

$$X_{\text{CuO}} = \frac{T(a - a_0)}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

T ——硫代硫酸钠标准溶液对氧化铜的滴定度, mg/mL;

m ——试样质量, mg;

V ——吸取待测试液的体积, mL;

a ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

a_0 ——滴定空白时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL。

注: 由于碘化亚铜能吸附少量碘, 故影响测定。可加入硫氰化钾, 使碘化亚铜转化为溶解度更小的硫氰化亚铜, 释放出吸附的碘。

8 测定结果的允许差

测定结果的允许差如表 1 所示。

表1 铜的测定允许差

CuO 含量水平 %	室内允许差 %	室间允许差 %
≤5.0	0.05	0.10
5.0~25.0	0.10	0.40
≥25.0	0.30	1.00

ICS 27.100

F 24

备案号: 37338-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.9 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 9 部分: 氧化钙和氧化镁的测定

**Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 9: determination of calcium and magnesium oxide**

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言	55
1 范围	56
2 规范性引用文件	56
3 方法概要	56
4 试剂	56
5 分析步骤	57
6 结果的表述	57
7 测定结果的允许差	58



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 9 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——摩尔浓度取代滴定度；

——同一待测溶液分别在不同的 pH 值条件下测定钙、镁。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：安徽省电力科学研究院。

本标准主要起草人：张达光、郑敏聪、李建华、赵炜。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第9部分：氧化钙和氧化镁的测定

1 范围

本部分规定了热力系统内的垢和腐蚀产物等样品中氧化钙和氧化镁含量的测定。

本部分适用于垢和腐蚀产物多项分析试液中氧化钙和氧化镁的含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第1部分：通则

3 方法概要

垢和腐蚀产物中的钙和镁，经熔融、溶解处理后以离子形式存在于待测溶液中，在 pH 值大于 12 的条件下，镁离子形成氢氧化镁沉淀，钙则仍以离子形式存在。此时，用 EDTA 标准溶液滴定，以酸性铬蓝 K 等作指示剂，滴定至蓝色即为终点。根据消耗 EDTA 的量可计算出钙的含量。

在滴定过钙的溶液中，加入酸使氢氧化镁沉淀溶解，在 pH 值为 10 的条件下，以酸性铬蓝 K 等作指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定，滴定至蓝色即为终点。根据消耗 EDTA 的量可计算出镁的含量。其反应如下：

加指示剂 $\text{In} + \text{Me} \longrightarrow \text{MeIn}$

(蓝色) (酒红色)

滴定过程中 $\text{Me} + \text{Y} \longrightarrow \text{MeY}$

滴定终点时 $\text{MeIn} + \text{Y} \longrightarrow \text{MeY} + \text{In}$

(酒红色) (蓝色)

阳离子 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Zn^{2+} 等，阴离子 PO_4^{3-} 、 SiO_3^{2-} 、 F^- 等，对测定产生干扰，应采取有效的掩蔽措施。根据掩蔽剂不同，掩蔽措施有以下两种方法：

a) L-半胱氨酸盐酸盐-三乙醇胺联合掩蔽法。适用于铜、铁含量较低的试样。

b) 铜试剂分离法。适用于铜铁含量较高的试样。

4 试剂

4.1 本部分使用的试验用水应符合 DL/T 1151.1 的要求。

4.2 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 指示剂：称取酸性铬蓝 K ($\text{C}_{10}\text{H}_9\text{O}_{12}\text{S}_3\text{Na}_3$) 0.5g，萘酚绿 B 1.0g 和预先在 110℃ 烘干的氯化钾 50g，研细、混匀后放置于棕色广口瓶中备用。

4.3 三乙醇胺 (1+4)：量取浓三乙醇胺 [$\text{HN}(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})_3$] 20mL，加水 80mL，混匀。

4.4 2.5% 铜试剂：称取铜试剂二乙基二硫代胺基甲酸钠 [$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCS}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] 2.5g，溶于 100mL 水中，过滤后使用。

4.5 1% L-半胱氨酸盐酸盐溶液：称取 L-半胱氨酸 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2\text{NS}$) 1.0g，溶于 60mL 水中，加 4mL 盐酸溶液 (1+1)，定容至 100mL。或者，直接称取 L-半胱氨酸盐酸盐 1.3g，用 60mL 水溶解，加 2mL 盐酸

溶液 (1+1), 定容至 100mL。

4.6 pH 值为 10 的氨-氯化铵缓冲溶液: 称取 20g 氯化铵, 溶于 500mL 水中, 加入 150mL 浓氨水, 稀释至 1L。

4.7 2mol/L 氢氧化钠溶液。

4.8 氨水 (1+1)。

4.9 盐酸 (1+1)

4.10 EDTA 标准溶液: 0.002mol/L, 按照 GB/T 601 方法配制及标定。

5 分析步骤

5.1 L-半胱胺酸盐-三乙醇胺联合掩蔽法

5.1.1 钙的测定方法

- 准确吸取多项分析试液 V mL (CaO 含量 0.1mg 以上), 注入 250mL 锥形瓶, 加水至 100mL, 用 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值约为 10。
- 加 2mol/L 氢氧化钠 3mL。
- 加 (1+4) 三乙醇胺溶液 2mL。
- 加 1% L-半胱胺酸盐 3mL ~ 4mL。
- 加约 0.05g 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 指示剂。
- 立即用 EDTA 标准溶液, 在快速摇动下滴定至溶液由酒红色变为蓝色, 即为终点。应同时做空白试验。

5.1.2 镁的测定方法

- 在测定过钙的溶液中, 逐滴加入 (1+1) 盐酸调节 pH 值至 4 左右, 充分摇动使氢氧化镁沉淀溶解。
- 用 (1+1) 氨水调节 pH 值至 8 左右。
- 加 pH 值为 10 的氨-氯化铵缓冲溶液 5mL。
- 立即用 EDTA 标准溶液, 在快速摇动下滴定至溶液由酒红色变为蓝色, 即为滴定终点。同时做空白试验。

5.2 铜试剂分离法

5.2.1 钙的测定方法

- 准确吸取多项分析试液 V mL (CaO 含量 0.1mg 以上, 五氧化二磷的量应小于 1mg), 注入 50mL 烧杯中, 用 2mol/L 氢氧化钠将试液 pH 值调节至 5~6, 加 2.5% 铜试剂 2mL, 铜、铁等干扰离子形成沉淀。
- 沉淀物用定量滤纸过滤, 用水充分洗涤沉淀物, 将滤液和洗涤液一并收集于 250mL 锥形瓶中, 用 2mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 10 左右。再按本部分 5.1.1 b) ~ f) 的操作步骤进行分析, 同时做空白试验。

5.2.2 镁的测定方法

用测定过钙的溶液, 按本部分 5.1.2 方法进行分析, 同时做空白试验。

6 结果的表述

6.1 试样中氧化钙 (CaO) 百分含量 X (%) 按式 (1) 计算, 即

$$X = \frac{c \times (V_1 - V_3)}{m} \times \frac{0.5}{V} \times 56.08 \times 100\% \quad (1)$$

6.2 试样中氧化镁 (MgO) 百分含量 X (%) 按式 (2) 计算, 即

$$X = \frac{c \times (V_2 - V_4)}{m} \times \frac{0.5}{V} \times 40.30 \times 100\% \tag{2}$$

式中：

- c ——EDTA 标准溶液的浓度，mol/L；
- V ——取多项分析试液的体积，mL；
- V_1 ——滴定钙消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；
- V_2 ——滴定镁消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；
- V_3 ——滴定钙空白消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；
- V_4 ——滴定镁空白消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；
- m ——试样的质量，g；
- 56.08——氧化钙的摩尔质量，g/mol；
- 40.30——氧化镁的摩尔质量，g/mol；
- 0.5——样品的总体积，L。

7 测定结果的允许差

测定结果的允许差如表 1 所示。

表 1 氧化钙、氧化镁测定结果的允许差

含量 %	CaO		MgO	
	室内允许误差 %	室间允许误差 %	室内允许误差 %	室间允许误差 %
≤2	0.3	0.6	0.4	0.9
2~5	0.4	0.8	0.5	1.5
5~10	0.5	1.0	0.6	1.2
10~30	0.6	1.2	0.8	1.6
30~50	1.2	2.0	—	—
≥50	1.2	2.4	—	—

ICS 27.100

F 24

备案号: 37339-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.10 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 10 部分: 二氧化硅的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 10: determination of silica (silica dioxide)

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	61
1 范围	62
2 规范性引用文件	62
3 方法概要	62
4 试剂	62
5 仪器	63
6 分析步骤	63
7 结果的表述	65
8 测定结果的允许差	65

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 10 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 加入氢氟酸在水浴中加热，将胶体硅转变为活性硅，测定全硅的含量；
- 用草酸替代酒石酸作为掩蔽剂；
- 用沉淀分离方法去除铜铁离子对测试的干扰。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：安徽省电力科学研究院。

本部分主要起草人：赵炜、郑敏聪、李建华、张达光。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 10 部分：二氧化硅的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物等样品中二氧化硅含量的测定方法。

本部分适用于热力系统内聚集的水垢、盐垢、水渣和腐蚀产物中二氧化硅含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

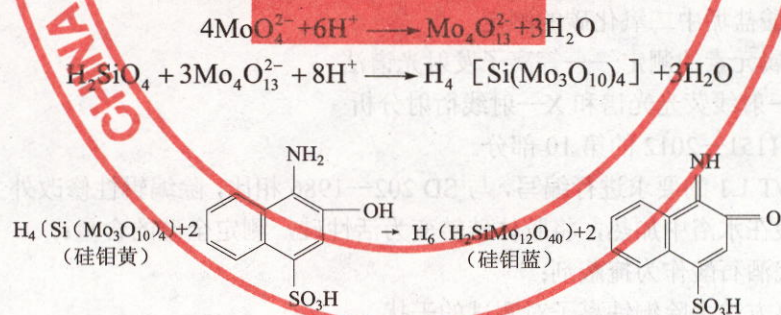
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

DL/T 502.3 火力发电厂水汽分析方法 第 3 部分：全硅的测定（氢氟酸转化分光光度法）

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

3 方法概要

已经酸化的样品加入氢氟酸后在沸腾的水浴锅上加热，氢氟酸将胶体硅转化为氟硅酸，然后加入三氯化铝，掩蔽过剩的氢氟酸并将氟硅酸解离，使之成为活性硅。活性硅与钼酸铵反应形成硅钼黄，再用 1, 2, 4 酸还原剂把硅钼黄还原成硅钼蓝。此蓝色溶液的吸光度与试样中二氧化硅的含量有关，用分光光度法测定其含量。加入草酸可防止试样中磷酸盐的干扰，防止过剩的钼酸铵被还原。试样中铜铁离子的干扰，可以通过调节样品溶液的 pH 值至中性，过滤沉淀后测试滤液的方法去除。其反应如下：



4 试剂

4.1 试剂水：应使用 GB/T 6682 规定的一级试剂水进行试样分析。

4.2 二氧化硅标准储备溶液的配制。

4.2.1 储备液（1mL 含 0.1mgSiO₂）：准确称取 0.100 0g 已研磨细并经 700℃～800℃灼烧过的二氧化硅（优级纯），与 1.0g～1.5g 已于 270℃～300℃焙烧过的粉状无水碳酸钠（优级纯）置于铂坩埚内混匀，在上面加一层碳酸钠，在冷炉状态放入高温炉升温至 900℃～950℃下熔融 30min。冷却后，将铂坩埚放入聚乙烯塑料烧杯中，用 70℃～80℃的试剂水溶解熔融物，待熔融物全部溶解后取出坩埚，以热试剂水仔细淋洗坩埚的内外壁，待溶液冷却至室温后，定量移入 1L 容量瓶中，定容，混匀后移入聚乙烯塑料瓶中储存。此溶液应完全透明，如有浑浊须重新配制。

4.2.2 二氧化硅标准溶液。

4.2.2.1 标准溶液 I (1mL 含 0.05mgSiO₂): 取储备液 (1mL 含 0.1mgSiO₂) 25.00mL, 移入 50mL 容量瓶中, 用试剂水定容。

4.2.2.2 标准溶液 II (1mL 含 0.005mgSiO₂): 取标准溶液 I (1mL 含 0.05mgSiO₂) 10.00mL, 移入 100mL 容量瓶中, 用试剂水定容 (此溶液应在使用时配制)。

4.3 氢氟酸 (HF) 溶液 (1+7): 优级纯或更高级别试剂。

4.4 三氯化铝溶液 (1mol/L): 称取结晶三氯化铝 (AlCl₃ · 6H₂O) 241g 溶于约 600mL 试剂水中, 稀释至 1L。

4.5 盐酸溶液 (1+1): 优级纯或更高级别试剂。

4.6 草酸 (H₂C₂O₄) 溶液 (100g/L)。

4.7 钼酸铵 [(NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O] 溶液 (100g/L)。

4.8 1-氨基-2 萘酚-4 磺酸还原剂 (简称 1, 2, 4 酸还原剂)。

4.8.1 称取 1.5g 的 1-氨基-2 萘酚-4 磺酸 (H₂NC₁₀H₅ (OH) SO₃H) 和 7g 无水亚硫酸钠 (Na₂SO₃), 溶于约 200mL 试剂水中。

4.8.2 称取 90g 亚硫酸氢钠 (NaHSO₃), 溶于约 600mL 试剂水中。

4.8.3 将 4.8.1 和 4.8.2 配制的两种溶液混合, 并用试剂水稀释至 1L。若溶液浑浊, 则应过滤后使用。将所配溶液储存于温度小于 5℃ 的冰箱中避光保存。

注: 本部分涉及的所有试剂均应储存于聚乙烯塑料瓶中。

5 仪器

5.1 分光光度计: 可在波长 660, 750nm 使用, 配有 10, 30mm 比色皿。

5.2 多孔水浴锅。

5.3 5mL 有机玻璃移液管 (分度值 0.1mL)。

5.4 10mL 移液管 (分度值 0.1mL)。

5.5 50mL 滴定管 (分度值 0.1mL)。

5.6 150mL 或 250mL 聚乙烯塑料瓶或密封聚乙烯塑料杯。

5.7 实验所用器皿应在使用前用 (1+1) 盐酸溶液进行浸泡处理, 用试剂水反复冲洗后备用。

6 分析步骤

6.1 工作曲线的绘制

6.1.1 含硅量为 0mg~0.05mg 二氧化硅样品的测定

6.1.1.1 按照表 1 的规定取二氧化硅标准溶液 II (1mL 含 0.005mgSiO₂), 注入一组聚乙烯塑料瓶中, 用滴定管添加试剂水, 使其体积为 50.0mL。

表 1 0mg~0.05mg SiO₂ 工作溶液的配制

标准溶液 II 体积 mL	0	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
添加试剂水体积 mL	50.0	48.0	46.0	44.0	42.0	40.0
SiO ₂ 含量 mg	0.0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050

6.1.1.2 样品瓶置于 25℃~30℃ 的水浴中至温度恒定。分别加入三氯化铝溶液 3.0mL, 摇匀, 用有机玻璃移液管准确加氢氟酸溶液 1.0mL, 摇匀, 放置 5min。

6.1.1.3 加入盐酸溶液(1+1) 1.0mL, 摇匀, 加钼酸铵溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 5min, 加草酸溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 1min, 再加 1, 2, 4 酸还原剂 2.0mL, 摇匀, 放置 8min。

6.1.1.4 在分光光度计上用 750nm 波长、30mm 比色皿, 以试剂水作参比测定吸光度, 根据测得的吸光度绘制工作曲线或回归方程。

6.1.2 含硅量为 0mg~0.25mg 二氧化硅样品的测定

6.1.2.1 按照表 2 的规定取二氧化硅标准溶液 I (1mL 含 0.05mgSiO₂) 注入一组聚乙烯塑料瓶中, 用滴定管添加试剂水, 使其体积为 50.0mL。

表 2 0mg~0.25mg SiO₂ 工作溶液的配制

标准溶液 I 体积 mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
添加试剂水体积 mL	50.0	49.0	48.0	47.0	46.0	45.0
SiO ₂ 含量 mg	0.0	0.050	0.10	0.15	0.20	0.25

6.1.2.2 样品瓶置于 25℃~30℃ 的水浴中至温度恒定。分别加入三氯化铝溶液 3.0mL, 摇匀, 用有机玻璃移液管准确加氢氟酸溶液 1.0mL, 摇匀, 放置 5min。

6.1.2.3 加入盐酸溶液(1+1) 1.0mL, 摇匀, 加钼酸铵溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 5min, 加草酸溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 1min, 再加 1, 2, 4 酸还原剂 2.0mL, 摇匀, 放置 8min。

6.1.2.4 在分光光度计上用 660nm 波长、10mm 比色皿, 以试剂水作参比测定吸光度, 根据测得的吸光度绘制工作曲线或回归方程。

6.2 试样的测定

6.2.1 试样的吸取。

6.2.1.1 直接吸取: 适用于垢和腐蚀产物中氧化铁和氧化铜的含量小于 70% 时。应根据含硅量的大小, 准确吸取多项分析试液 V_1 mL (0.5mL~5.0mL, 含 SiO₂ 小于 0.25mg), 注入聚乙烯塑料瓶中。

6.2.1.2 预处理法: 适用于垢和腐蚀产物中氧化铁和氧化铜的含量大于 70% 时。准确吸取 100mL 多项分析试液于烧杯中, 用 10% 氢氧化钠溶液和 1mol/L 盐酸溶液调整试液的 pH 值至中性 (用 pH 计控制 pH 值为 6~8), 此时样品溶液中的铜铁离子形成絮状沉淀, 静置一会儿, 用快速滤纸过滤, 滤液及沉淀洗涤滤液收集于 200mL 容量瓶中, 用试剂水定容。摇匀, 根据含硅量的大小, 准确吸取滤液 V_2 mL (5.0mL~50.0mL, 含 SiO₂ 小于 0.25mg), 注入聚乙烯塑料瓶中。

6.2.2 根据试样的吸取体积, 用滴定管添加试剂水, 使其体积为 50.0mL。加入盐酸溶液 (1+1) 1.0mL, 摇匀, 用有机玻璃移液管准确加氢氟酸溶液 1.0mL, 摇匀, 盖好瓶盖, 置于沸腾水浴锅里加热 15min。

6.2.3 将加热好的样品冷却, 置于 25℃~30℃ 的水浴中至温度恒定, 然后加入三氯化铝溶液 3.0mL, 摇匀, 放置 5min。

6.2.4 加钼酸铵溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 5min, 加草酸溶液 2.0mL, 摇匀, 放置 1min, 再加 1, 2, 4 酸还原剂 2.0mL, 摇匀, 放置 8min。

注: 1, 2, 4 酸还原剂有强烈的刺激性气味, 也可以用 4% 的抗坏血酸 (加入量为 3.0mL) 代替, 但是抗坏血酸溶液不稳定, 宜使用时配制。

6.2.5 用分光光度计, 选择 750nm 波长、30mm 比色皿或 660nm 波长、10mm 比色皿, 以试剂水作参比测定吸光度, 根据测出的吸光度从相应的工作曲线上查出二氧化硅含量。

7 结果的表述

7.1 直接吸取多项分析试液二氧化硅的含量 X 按式 (1) 计算, 即

$$X = \frac{m_{\text{样}}}{m} \times \frac{500}{V_1} \times 100\% \tag{1}$$

式中:

- m ——垢和腐蚀产物试样的质量, mg;
- $m_{\text{样}}$ ——从工作曲线上查出 SiO_2 含量, mg;
- V_1 ——吸取多项分析试液的体积, mL;
- 500 ——垢和腐蚀产物多项分析试液的定容体积, mL。

7.2 多项分析试液经过预处理二氧化硅的含量 X 按式 (2) 计算, 即

$$X = \frac{m_{\text{样}}}{m} \times \frac{500}{V_2} \times 2 \times 100\% \tag{2}$$

式中:

- V_2 ——吸取预处理后滤液的体积, mL;
- 500 ——垢和腐蚀产物多项分析试液的定容体积, mL。

8 测定结果的允许差

测定结果的允许差如表 3 所示。

表 3 二氧化硅测定结果的允许差

含量范围 %	同一试验室 %	不同试验室 %
≤2	0.2	0.4
2~5	0.3	0.6
5~10	0.5	0.8
10~20	0.6	1.0
≥20	0.8	1.4

ICS 27.100

F 24

备案号: 37340-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.11 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 11 部分: 氧化锌的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 11: determination of zinc oxide content

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	69
1 范围	70
2 规范性引用文件	70
3 方法概要	70
4 干扰	70
5 试剂	70
6 分析步骤	70
7 结果的表述	71
8 测定结果的允许差	71

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 11 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了干扰；

——增加了对方法允许差的规定。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：湖南省电力公司科学研究院。

本部分主要起草人：常燕、陈绍艺。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 11 部分：氧化锌的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中氧化锌的测定方法。

本部分适用于热力系统内聚集的水垢、盐垢、水渣和腐蚀产物中氧化锌的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：试样的采集与处理

3 方法概要

在 pH 值为 5~6 的乙酸—乙酸钠缓冲溶液中，用二甲酚橙作指示剂，以乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)标准滴定溶液滴定至亮黄色为终点。根据消耗 EDTA 的体积，即可测出氧化锌的含量。

本方法的测定下限约为 0.2mg。

4 干扰

铁对测定有干扰，可用浓氨水沉淀分离以消除铁的干扰。在试样溶液中加入过量的浓氨水，铁以氢氧化物形式沉淀，锌以锌氨络离子存在于溶液中与铁分离。铜、铝对测定也有一定干扰，可加入硫代硫酸钠和饱和氟化钠溶液进行掩蔽消除干扰。

5 试剂

5.1 本部分所用试剂和水，除非另有规定，均应符合 DL/T 1151.1 的要求。

5.2 乙酸—乙酸钠缓冲溶液（pH 值为 5~6）：称取乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）200g，溶于 500mL 水中，加入 10mL 冰乙酸，稀释至 1L。

5.3 二甲酚橙指示剂（2g/L）：称取 0.2g 二甲酚橙，溶于水，稀释至 100mL。使用期不应超过 15 天。

5.4 甲基橙指示剂（1g/L）：称取 0.1g 甲基橙，溶于 70℃ 的水中，冷却，稀释至 100mL。

5.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})$ 约 0.005mol/L。按 GB/T 601 配制。

5.6 硫代硫酸钠溶液：10%（m/V），称取 10g 硫代硫酸钠溶于 100mL 水中，储存于棕色瓶中。

5.7 饱和氟化钠溶液。

6 分析步骤

6.1 取按 DL/T 1151.2 制备的多项分析试液 100mL，移入 250mL 烧杯中，用浓氨水中和至 pH 值为 7（以试纸检验），再加 20mL 浓氨水进行沉淀，煮沸 1min，趁热过滤，将滤液收集于 250mL 容量瓶中。

6.2 滴加盐酸溶液（1+1）溶解滤纸上的沉淀物，待沉淀物溶解后，用热水洗涤滤纸 2 次~3 次，将滤液与洗涤液收集于原烧杯中，用浓氨水调节 pH 值为 7（以试纸检验），加入 20mL 浓氨水再次进行沉淀，

用热水洗涤沉淀物 2 次~3 次。将滤液、洗涤液一并收集于 250mL 容量瓶，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

6.3 取上述分离沉淀后的试液 100mL，移入 250mL 锥形瓶中，加 0.1% 甲基橙指示剂 1 滴，用盐酸溶液 (1+1) 中和至微红色。加 10% 硫代硫酸钠溶液 3mL，加饱和氟化钠溶液 2mL，摇匀。加乙酸—乙酸钠缓冲溶液 10mL，加二甲酚橙指示剂 2 滴~3 滴。

6.4 在不断摇动下，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液进行滴定，接近终点时应缓慢滴定，溶液由红色或橙色变为亮黄色即为终点。

7 结果的表述

试样中氧化锌 (ZnO) 百分含量 X_{ZnO} (%) 按式 (1) 计算，即

$$X_{\text{ZnO}} = \frac{cVM}{m} \times \frac{500}{100} \times 2.5 \times 100\% \quad (1)$$

式中：

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度，mol/L；

V ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积，mL；

m ——试样质量，mg；

M ——氧化锌的摩尔质量，g/mol [$M(\text{ZnO}) = 81.39$]。

8 测定结果的允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

ICS 27.100

F 24

备案号: 37341-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.12 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 12 部分: 磷酸酐的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 12: determination of phosphoric anhydride

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言	75
1 范围	76
2 规范性引用文件	76
3 方法概要	76
4 试剂	76
5 仪器	76
6 分析步骤	76
7 结果的表述	77
8 测定结果的允许差	77



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 12 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 按新的标准编制规范重新调整了相关章节；
- 增加了对试剂水的规范；
- 对标准溶液、工作溶液进行了规范；
- 将工作曲线由“0mg~0.5mg”和“0mg~1.5mg”调整为“0mg~1.0mg”；
- 将绘制工作曲线时“以不加显色剂的稀释试液作参比”改为“以试剂空白作参比”；
- 修改了试验允许差。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本部分起草单位：湖南省电力公司科学研究院。

本部分主要起草人：钱晖、彭琳峰、何铁祥。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 12 部分：磷酸酐的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中磷酸盐（以 P_2O_5 计）含量的测定方法。

本部分适用于测定垢和腐蚀产物中磷酸盐（以 P_2O_5 计）的含量。

2 规范性引用文件

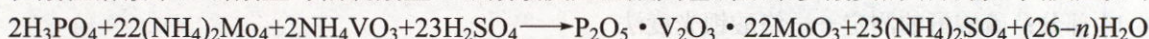
下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：试样的采集与处理

3 方法概要

在酸性溶液中，磷酸盐与偏钒酸盐、钼酸铵反应生成黄色磷钼杂多酸类的络合物，其反应如下：



在 420nm 处测量其吸光度，求出磷酸盐含量。

4 试剂

4.1 试剂水和试剂：应符合 DL/T 1151.1 要求。

4.2 磷标准溶液（1mL 相当于 1mg P_2O_5 ）：称取在 100℃～105℃干燥并已恒重过的磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）基准试剂 1.918g，精确至 0.2mg，溶于约 500mL 水中，转移至 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

4.3 磷工作溶液（1mL 相当于 0.1mg P_2O_5 ）：移取磷标准溶液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4 钼酸铵-偏钒酸铵-硫酸显色溶液（简称钼钒酸显色液）。

4.4.1 称取 50g 钼酸铵（ $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ ）和 2.5g 偏钒酸铵（ NH_4VO_3 ），溶于 300mL 水中。

4.4.2 量取 195mL 浓硫酸，在不断搅拌下缓慢加入到约 300mL 水中，并冷却到室温。

4.4.3 将 4.4.2 液倒入 4.4.1 液中，稀释至 1L。

5 仪器

分光光度计：配有 30mm 的比色皿。

6 分析步骤

6.1 工作曲线的绘制

根据待测垢样的磷酸盐含量（按 P_2O_5 计算）范围，按表 1 中所列数值分别把磷工作溶液（1mL 相当于 0.1mg P_2O_5 ）注入一组 50mL 容量瓶中，加 30mL 水。

分别于每个容量瓶中加入 5mL 钼钒酸显色液，用水稀释至刻度，摇匀，2min 后以试剂空白作参比，选择 30mm 比色皿，在分光光度计 420nm 波长处测定吸光度，绘制工作曲线。工作曲线相关系数应大于 0.999。

表 1 磷酸盐工作溶液的配制

测定范围 mg	工作溶液浓度 mg/mL	取工作溶液体积 mL					
0~1.0	0.1	0	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0

6.2 试样的测定

取按 DL/T 1151.2 制备的多项分析试液 V mL (含 P_2O_5 小于 1.0mg), 注入 50mL 容量瓶中, 加水 30mL, 加钼钒酸显色液 5mL, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 2min。以不加显色剂的多项分析稀释试液为参比, 按 6.1 步骤, 测定吸光度。根据工作曲线计算磷酸盐的含量。

7 结果的表述

试样中磷酸盐的含量 (以 P_2O_5 计) $X_{P_2O_5}$ (%) 按式 (1) 计算, 即

$$X_{P_2O_5} = \frac{W}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \tag{1}$$

式中:

W ——从工作曲线上查出的磷酸盐含量, mg;

m ——试样质量, mg;

V ——取待测试液的体积, mL。

8 测定结果的允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。测定结果的允许差如表 2 所示。

表 2 磷酸盐测定结果的允许差

磷酸盐含量 %	室内允许差 %	室间允许差 %
≤10.0	0.30	0.60
10.0~20.0	0.60	1.20
≥20.0	0.80	1.50

ICS 27.100

F 24

备案号: 37342-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.13 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 13 部分: 硫酸酐的测定——

硫酸钡光度法

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants

Part 13: determination of sulfuric acid anhydride—photometric
method used to barium sulfate

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	81
1 范围	82
2 规范性引用文件	82
3 方法概要	82
4 干扰	82
5 试剂	82
6 仪器	83
7 分析步骤	83
8 结果的表述	83
9 测定结果的允许差	84

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 13 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——对原标准的适用范围进行了修订：将原方法适用水垢和盐垢中硫酸盐（以硫酸酐计）的含量改为适用热力系统内聚集的水垢、盐垢及腐蚀产物中硫酸盐含量（以硫酸酐计）。

——对原标准的测定范围进行了修订。

——对原标准的条件试剂进行了修订。

——对原标准的试验步骤进行了修订，增加了样品处理步骤。

——对原标准的测定波长、比色皿进行了修订。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：山东电力研究院、华能德州电厂。

本部分主要起草人：周少玲、沈竞为、张永、刘国强、张杏梅、潘成福。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中硫酸盐（以硫酸酐计）含量的测定方法。

本部分适用于火力发电厂垢和腐蚀产物中硫酸盐含量的测定，其他类似样品可参照使用。本部分硫酸酐测量范围为（0~7.5）%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：试样的采集与处理

3 方法概要

在酸性介质中，硫酸根与钡离子作用，在控制的试验条件下，硫酸根离子转化成硫酸钡悬浊物。其反应式如下：



在使用条件试剂和恒定搅拌的特殊条件下，生成的硫酸钡是颗粒大小均匀的晶型沉淀物，使溶液形成稳定的悬浊液，其浊度的大小与硫酸根含量成正比，据此可用比浊法测定硫酸根含量。

条件试剂中加入一定量盐酸，除硫酸根以外，其他弱酸根离子如碳酸根、磷酸根、硅酸根等在此条件下以酸式盐形式存在，不与钡离子结合产生沉淀，从而消除这些离子的干扰；条件试剂中加一定量乙醇、甘油有机溶剂，可以减少硫酸钡的溶解度；加一定量强电解质氯化钠，可以防止硫酸钡形成胶体沉淀。

4 干扰

在本方法的测定条件下，铁（III）的颜色对测定有一定影响，可通过调整 pH 值为中性，然后将铁的沉淀物过滤除去，消除其干扰，测定滤液中的硫酸根含量。

5 试剂

5.1 氢氧化钠 1mol/L。

5.2 盐酸 1mol/L。

5.3 氯化钡（ $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶液（25%）：用煮沸冷却后的水配制 25%氯化钡溶液，储存在磨口玻璃瓶中备用。

5.4 条件试剂：将 30mL 浓盐酸，50mL 甘油，100mL 95%乙醇依次加入到 500mL 玻璃磨口瓶中，将 75g 优级纯氯化钠用 300mL 水分次完全溶解，并转入至上述磨口瓶中。

5.5 硫酸盐标准溶液（1mL 含 1mg SO_4^{2-} ）：称取 1.479g 在 110℃~130℃烘干 2h 的优级纯无水硫酸钠，准确至 0.2mg。用少量水溶解，定容至 1L。

5.6 硫酸盐工作溶液（1mL 含 0.1mg SO_4^{2-} ）：准确吸取 10.00mL 硫酸盐标准溶液，注入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6 仪器

- 6.1 分光光度计：配有 30mm 比色皿。
- 6.2 秒表：精度 0.2s。
- 6.3 磁力搅拌器、搅拌子。
- 6.4 砂芯抽滤器。

7 分析步骤

7.1 绘制工作曲线

7.1.1 根据试样中硫酸盐含量，绘制工作曲线。分别按表 1 数据，吸取硫酸盐工作溶液（1mL 含 0.10mg SO_4^{2-} ）注入一组 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。取干燥的 250mL 三角锥瓶多个，分别加入 1 个磁力搅拌子，将上述工作溶液分别转移至三角锥瓶中，各加 2.5mL 条件试剂，并放入搅拌仪器混合。

表 1 硫酸盐标准溶液的配制

SO_4^{2-} 工作液 mL	0	1.0	2.5	5.0	7.5	10.0	15.0
SO_4^{2-} 含量 mg	0	0.1	0.25	0.50	0.75	1.0	1.5

7.1.2 加入 2.5mL 氯化钡溶液，以恒定的速度准确搅拌 1.0min，取下放置 5min 后，将悬浮液倾入 30mm 比色皿中，在波长 420nm 测定吸光度。

7.1.3 以硫酸盐含量（mg）对吸光度绘制工作曲线。

7.2 试样的测定

7.2.1 吸取待测液 V mL（硫酸盐含量应在工作曲线对应的范围内），注入 50mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀。

7.2.2 按 7.1 步骤测定吸光度。根据工作曲线计算试样中硫酸盐的质量 m_1 。

7.2.3 垢样中 Fe_2O_3 含量大于 30% 时，待测液应进行预处理。测定方法为：用量筒移取 50mL（记为 V_1 ）待测液，转入 250mL 玻璃烧杯中，用 1mol/L 氢氧化钠、1mol/L 盐酸调节样品 pH 值接近中性（用 pH 试纸检验），此时样品中的铁已变成絮状沉淀，摇匀，静置一会儿，用 0.45 μm 滤膜、砂芯抽滤器抽滤，收集滤液。将滤液转入 250mL 三角锥瓶中，并用水冲洗瓶壁 2 次~3 次，冲洗液转入 250mL 三角锥瓶中。在电炉上加热浓缩至样品体积略小于 40mL。冷却后，再定容至 V_1 mL。

8 结果的表述

试样中硫酸盐（以 SO_3 计）的含量 X_{SO_3} （%）按式（1）计算，即

$$X_{\text{SO}_3} = \frac{m_1}{m} \times \frac{0.8334 \times 500}{V} \times 100\% \tag{1}$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的硫酸盐质量，mg；

m ——试样质量，mg；

V ——取待测试液的体积，mL；

0.8334——硫酸盐（ SO_4^{2-} ）换算成硫酸酐（ SO_3 ）的系数。

9 测定结果的允许差

硫酸酐测定结果允许差见表 2。

表 2 硫酸酐测定结果的允许差

硫酸酐含量 %	室内允许差 %
≤3	0.3
3~5	0.7
5~7.5	0.9

0.2	0.0	0.5	0.2	2.5	0.1	0	0.2
0.1	0.1	0.2	0.3	0.5	0.1	0	0.1

ICS 27.100
F 24
备案号: 37343-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.14 — 2012
代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 14 部分: 硫酸酐的测定—— 铬酸钡光度法

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 14: determination of sulfuric acid anhydride—photometric
method using barium chromate

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言	87
1 范围	88
2 规范性引用文件	88
3 方法概要	88
4 试剂	88
5 仪器	88
6 分析步骤	89
7 结果的表述	89
8 测定结果的允许差	89



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 14 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——离心机和离心试管改为滤纸过滤和比色管。

——10mm 比色皿改为 5mm 比色皿。

——对 $0\text{mg}\sim 0.1\text{mg SO}_4^{2-}$ 工作曲线的工作液加入量进行了适当的调整。

——对加药量进行了修订，将 0.1mg SO_4^{2-} 工作曲线中铬酸钡加入量 2mL 改为 4mL。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：山东电力研究院。

本部分主要起草人：张杏梅、周少玲、许立国、于乃海、于蔚。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法

1 范围

本部分规定了水垢或盐垢中硫酸酐的测定（铬酸钡光度法）。

本部分适用于热力系统内聚集的水垢或盐垢中硫酸盐（以硫酸酐计）含量的测定。

本方法硫酸酐测定范围为（0~12.5）%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：试样的采集与处理

3 方法概要

硫酸根与过量的酸性铬酸钡悬浊液作用，把部分铬酸钡转化为硫酸钡沉淀，并定量置换出黄色铬酸根离子，利用分光光度法测定吸光度，间接求出硫酸根的含量。

为了提高灵敏度，对于硫酸酐含量小于 0.1mg 的试样，在经过滤后的溶液中，加入二苯氨基脲溶液与铬酸根离子显色。用分光光度法测定其吸光度，以确定硫酸根含量。

4 试剂

4.1 试剂：应符合 DL/T 1151.1 要求。

4.2 试剂水：应符合 DL/T 1151.1 中要求，且为煮沸冷却后的水。

4.3 酸性铬酸钡悬浊液：量取 0.5mol/L 乙酸和 0.01mol/L 盐酸各 100mL，加入铬酸钡 0.5g，制成混合液。将混合液倾入 500mL 塑料瓶中，激烈摇荡均匀，制成悬浊液。使用时摇匀后再用。

4.4 0.5%二苯氨基脲溶液（乙醇溶液）：称取二苯氨基脲 0.5g 溶于 100mL 乙醇。为使该溶液稳定，可加入 1mol/L 盐酸 1mL，倾入棕色瓶中储存。该试剂的稳定期大约一个月。试剂失效时，溶液呈微黄色。

注：二苯氨基脲亦称二苯卡巴腓（肼）、二苯偶氮碳酸肼。

4.5 含钙的氨水：称取 1.85g 无水氯化钙，溶解于 500mL 氨水（3+4），储存在聚乙烯瓶中。

4.6 硫酸盐标准溶液（1mL 含 1mg SO_4^{2-} ）：称取 1.479g 在 110℃~130℃烘干 2h 的优级纯无水硫酸钠，用少量试剂水溶解后，倾入 1L 容量瓶中，并用试剂水稀释至刻度，摇匀备用。

4.7 硫酸盐工作液 I（1mL 含 0.1mg SO_4^{2-} ）：准确吸取 50mL 硫酸盐标准溶液，注入 500mL 容量瓶中，用试剂水稀释至刻度，摇匀，倾入聚乙烯瓶中储存。

4.8 硫酸盐工作液 II（1mL 含 0.01mg SO_4^{2-} ）：取硫酸盐工作液 I 稀释至 10 倍而成。

5 仪器

5.1 分光光度计：配有 5mm 比色皿。

5.2 比色管：10mL 和 25mL。

6 分析步骤

6.1 绘制 0.1mg~0.5mg SO₄²⁻ 工作曲线

- 6.1.1 按表 1 规定取硫酸盐工作液 I，注入一组 25mL 的比色管中，用试剂水定容至 10mL，摇匀。在 20℃~30℃ 水浴中恒温 5min。
- 6.1.2 于每个比色管中加酸性铬酸钡悬浊液 4.0mL，摇匀，放置 1min，加含钙的氨水澄清液 0.5mL，摇匀，加 95% 乙醇 5.0mL，摇匀。
- 6.1.3 用双层中速定量滤纸 (φ11) 过滤，取滤液于 5mm 比色皿中，在波长 370nm 处，以空白试剂作参比，测定吸光度，绘制工作曲线，工作曲线的相关系数应大于 0.999。

表 1 硫酸盐工作溶液的配制

硫酸盐测定范围 mg	工作液含量 mg/mL	加入工作液的体积 mL						波长 nm
		0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	
0.1~0.5	0.1	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	370
0~0.1	0.01	0	1.0	3.0	5.0	7.0	9.0	545

6.2 绘制 0mg~0.1mg SO₄²⁻ 工作曲线

- 6.2.1 按表 1 规定取硫酸盐工作液 II，注入一组 25mL 的比色管中，用试剂水定容至 10mL，摇匀。在 20℃~30℃ 水浴中恒温 5min。
- 6.2.2 于每个比色管中加酸性铬酸钡悬浊液 2.0mL，摇匀，放置 1min，加含钙的氨水澄清液 0.5mL，摇匀，加 95% 乙醇 5.0mL，摇匀。
- 6.2.3 取上层清液，用中速定量滤纸 (φ11) 过滤于 10mL 比色管中，使滤液体积为 5.0mL，加 1.0mL 二苯氨基脲和 2mol/L 盐酸 1.0mL 充分摇匀，将发色液放置 2min。在波长 545nm 处，用 5mm 的比色皿，以空白试剂作参比，测定吸光度，绘制工作曲线，工作曲线的相关系数应大于 0.999。

6.3 测定

- 6.3.1 准确吸取 VmL 待测试液 (硫酸盐含量在工作曲线含量范围内) 注入 25mL 比色管中，用试剂水定容至 10mL，摇匀。在 20℃~30℃ 水浴中恒温 5min。
- 6.3.2 以下测定按本部分 6.1 或 6.2 所述操作步骤进行，测定吸光度，从工作曲线上查出相应的硫酸根含量 (m₁)。

7 结果的表述

试样中硫酸盐 (以硫酸酐计) 的含量 X_{SO₃} (%) 按式 (1) 计算，即

$$X_{SO_3} = \frac{m_1}{m} \times \frac{0.8334 \times 500}{V} \times 100\% \tag{1}$$

式中：

- m₁——从工作曲线上查出的试样硫酸根含量，mg；
- m——试样质量，mg；
- V——取待测试样的体积，mL；
- 0.8334——由硫酸盐 (SO₄²⁻) 换算成硫酸酐 (SO₃) 的系数。
- 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 测定结果的允许差

硫酸酐测定结果允许差见表 2。

表 2 硫酸酐测定结果的允许差

硫酸酐含量 %	允许差 %
≤1.25	0.05
1.25~2.5	0.1
2.5~5.0	0.15
5.0~10.0	0.2
10.0~12.5	0.3

ICS 27.100

F 24

备案号: 37344-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.15 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 15 部分: 水溶性垢待测试液的制备

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 15: preparation of water-soluble scaling preparative test solution

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	93
1 范围	94
2 规范性引用文件	94
3 方法概要	94
4 仪器设备	94
5 分析步骤	94

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 15 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了对仪器设备的要求；

——删除了氢氟酸—硫酸分解法。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：河北省电力研究院。

本部分主要起草人：孙心利、王平、任汉涛、周慧波。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中水溶性垢待测试液的制备方法。

本部分适用于火力发电厂水溶性垢待测溶液的制备。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：试样的采集与处理

3 方法概要

在蒸汽流通的部位，包括过热器、主蒸汽门、调速汽门、汽轮机喷嘴、叶片等沉积的盐类固体附着物有相当一部分是水溶性的垢样。对于这部分样品一般采用水溶解后进行成分的测定。对于不溶于水而又不适合采用常规酸溶或熔融法进行的样品，可按 DL/T 1151.2 的规定采用氢氟酸—硫酸法进行分解。

4 仪器设备

4.1 电子天平

量程 200g，感量 0.1mg。

4.2 电热板

功率不小于 1000W。

4.3 试验用水

应符合 DL/T 1151.1 的规定。

5 分析步骤

5.1 称取 0.5g（准确至 0.2mg）测定过水分的试样，放入 250mL 烧杯中，加入试剂水约 100mL，搅拌。

5.2 若有难溶物可在电热板上缓慢加热至近沸，难溶物还未溶解时可继续加热 5min~10min，将溶液自然冷却至室温，转入 500mL 容量瓶，用试剂水稀释至刻度，摇匀备用。

5.3 如果溶液不透明，则应过滤后取滤液测定水溶成分。

ICS 27.100

F 24

备案号: 37345-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.16 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 16 部分: 水溶性垢中碱、碳酸盐 及重碳酸盐的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 16: test of alkali, carbonate, bicarbonate in water-soluble scaling

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言 97

1 范围 98

2 规范性引用文件 98

3 方法概要 98

4 试剂 98

5 分析步骤 98

6 结果的表述 99

7 测定结果的允许差 99

火电厂汽水取样系统腐蚀与结垢的测试方法
第16部分：水溶性碳酸盐、重碳酸盐的测定

Part 16: test of alkali carbonate, bicarbonate in water-soluble scaling
Analytical methods of scale and corrosion products in power plants

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 16 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了对仪器设备和试剂的要求；
- 规范了硫酸标准溶液浓度表达方式；
- 明确了甲基橙指示的加入量；
- 规范了结果的计算方法和表达形式；
- 规定了实验精密度；
- 增加了对分析报告的要求。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：河北省电力研究院。

本部分主要起草人：王平、孙心利、李振海、刘克成、石景燕。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂水溶性垢和腐蚀产物中碱、碳酸盐及重碳酸盐测定的方法。

本部分适用于火力发电厂水溶性垢和腐蚀产物中碱性物质（氢氧化钠、碳酸钠、碳酸氢钠等）含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定的制备

DL/T 502 火力发电厂水汽分析方法

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

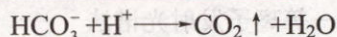
3 方法概要

水溶性垢和腐蚀产物中所含的碱性物质一般为氢氧化物、碳酸盐、碳酸氢盐等，它们能与酸反应，故可用适当的指示剂进行酸碱滴定，通过计算可求出它们的含量。

用酚酞作指示剂，滴定时发生如下反应：



以甲基橙作指示剂，继续滴定时发生如下反应：



当水溶性垢中五氧化二磷或二氧化硅的含量大于 10%，将干扰本法测定。可采用碱度校正方法，将其影响扣除。

4 试剂

4.1 试验用水和试剂：应符合 DL/T 1151.1 的规定。

4.2 酚酞指示剂（10g/L）：称取 1.0g 酚酞，溶于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至 100mL。

4.3 甲基橙指示剂（1g/L）：称取 0.1g 甲基橙，溶于 70℃ 的水中，冷却，稀释至 100mL。

4.4 硫酸标准溶液 [C (1/2H₂SO₄) = 0.05mol/L 或 C (1/2 H₂SO₄) = 0.01mol/L]：配制和标定方法参考 GB/T 601。

5 分析步骤

5.1 用移液管准确移取待测水溶液试样 V mL（碱、碱式盐的总量不低于 5mg）至 250mL 锥形瓶中。

5.2 加水稀释至 100mL，加酚酞指示剂 1 滴，若溶液呈红色，用硫酸标准溶液滴定至恰为无色，记录耗酸量为 a mL。

5.3 向该溶液中加入甲基橙指示剂 2 滴~3 滴，用硫酸标准溶液滴定至溶液为橙红色为止，记录耗酸量为 b mL（不应包括 a 耗酸量）。

6 结果的表述

从水中碱性物质氢氧根、碳酸根、重碳酸根三者相互关系知道：氢氧根与重碳酸根不可能同时存在于同一溶液中，所以滴定值 a 和 b 与水中氢氧根、碳酸根、重碳酸根所消耗滴定剂的相互关系如表 1 所示。

表 1 滴定值 a 和 b 与水中氢氧根、碳酸根、重碳酸根的相互关系

滴定值	氢氧根消耗滴定剂体积 V_1 mL	碳酸根消耗滴定剂体积 V_2 mL	重碳酸根消耗滴定剂体积 V_3 mL
$b = 0$	a	0	0
$a > b$	$a - b$	$2b$	0
$a = b$	0	$2b$	0
$a < b$	0	$2a$	$b - a$
$a = 0$	0	0	b

本方法以氢氧化钠、碳酸钠和碳酸氢钠分别进行氢氧化物、碳酸盐、碳酸氢盐结果的计算和表述。由此，水溶性垢样中氢氧化钠、碳酸钠、碳酸氢钠的含量 X (%) 分别可按式 (1) ~ 式 (3) 计算，即

$$X_{\text{NaOH}} = \frac{c \times V_1 \times 40}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \tag{1}$$

$$X_{\text{NaCO}_3} = \frac{c \times V_2 \times 53}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \tag{2}$$

$$X_{\text{NaHCO}_3} = \frac{c \times V_3 \times 84}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \tag{3}$$

式中：

- c —— 硫酸标准溶液的浓度，mol/L；
- V —— 移取试样的体积，mL；
- m —— 称取试样质量，mg；
- V_1 —— 表 1 中氢氧根消耗滴定剂体积，mL；
- V_2 —— 表 1 中碳酸根消耗滴定剂体积，mL；
- V_3 —— 表 1 中重碳酸根消耗滴定剂体积，mL。

注 1：本方法溶样后应立即测定，以减少空气中二氧化碳的影响。若需测定五氧化二磷、二氧化硅含量，应在本测定之后再进行测定为宜。

注 2：若水溶性垢样中磷酸盐或二氧化硅的含量超过 10%，应进行碱度校正。可参考 DL/T 502 有关的章节进行校正。

7 测定结果的允许差

平行测定结果的允许差不应大于 1.0%。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

ICS 27.100

F 24

备案号: 37346-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.17 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 17 部分: 水溶性垢样中氯化物的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 17: determination of chloride in deposit-forming impurities in steam

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	103
1 范围	104
2 规范性引用文件	104
3 方法概要	104
4 试剂	104
5 分析步骤	105
6 结果的表述	105
7 测定结果的允许差	105



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本标准为 DL/T 1151—2012 的第 17 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 氢氧化钠溶液浓度由 2mol/L 改为 0.1mol/L。
- 待测液中氯化钠最低含量由 3.3mg 改为 3.3mg/L。
- 规定了待测液吸取量为 100mL。若待测液中氯化钠含量高于 164.8mg/L 时，可少取待测液并用试剂水稀释至 100mL。
- 补充了实验所需试剂。
- 确定了本方法的允许差。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：华北电力科学研究院有限责任公司。

本部分主要起草人：王应高、李永立、星成霞、杨妮、金绪良。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物水溶性垢样中氯化物的测定方法。

本部分适用于热力系统内沉积的水溶性盐垢中氯化物（以氯化钠计）含量的测定。

2 规范性引用文件

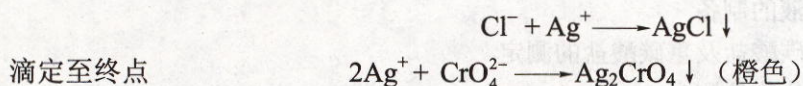
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.15 火电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备

3 方法概要

水溶性盐垢中的氯化物经水溶解后，可以转化为氯离子，在中性或微酸性条件下用摩尔法测定其含量，其反应式如下：



4 试剂

4.1 试剂水：应符合 DL/T 1151.1 的要求。

4.2 铬酸钾指示剂：10%。

4.3 酚酞指示剂：1%乙醇溶液。

4.4 氯化钠标准溶液：1mL 含 0.5mg NaCl。

准确称取 0.5g（准确至 0.2mg）优级纯氯化钠基准试剂（预先在 500℃～600℃ 高温炉内灼烧 30min 或 105℃～110℃ 干燥 2h，置于干燥器中冷却至室温），溶于约 100mL 水中，再用水稀释定容至 1L。

4.5 硝酸银标准溶液：1mL 相当于 0.5mg NaCl。

称取 1.8g 硝酸银溶于约 100mL 水中，再用水稀释定容至 1L，储存在棕色瓶中。

硝酸银标准溶液对氯化钠的滴定度，用下述方法标定：用移液管分别准确吸取氯化钠标准溶液（1mL 含 0.5mg NaCl）10mL 三份，各加水 90mL，加 10% 铬酸钾指示剂 1mL，用待标定硝酸银溶液滴定至橙色即为终点。三次滴定所消耗硝酸银溶液体积的平均值为 a ，另取 100mL 试剂水作空白试验，所消耗硝酸银的体积为 b 。

硝酸银溶液对氯化钠的滴定度（ T_{NaCl} ）按式（1）计算，即

$$T_{\text{NaCl}} = \frac{10 \times 0.5}{a - b} \quad (1)$$

式中：

T_{NaCl} ——硝酸银溶液对氯化钠的滴定度，mg/mL；

10 ——取氯化钠标准溶液的体积，mL；

- 0.5 ——1mL 氯化钠标准溶液含 0.5mg NaCl;
- a* ——三次滴定所消耗硝酸银溶液体积的平均值, mL;
- b* ——空白试验所消耗硝酸银溶液的体积, mL。

- 4.6 硫酸溶液: 0.05mol/L。
- 4.7 氢氧化钠溶液: 0.1mol/L。

5 分析步骤

- 5.1 吸取待测液 100mL (氯化钠含量大于 3.3mg/L), 若待测液中氯化钠含量高于 164.8mg/L 时, 可少取待测液并用试剂水稀释至 100mL。
- 5.2 加酚酞指示剂 1 滴。溶液显红色时, 用 0.05mol/L 硫酸溶液中和至红色恰好消失。
- 5.3 溶液不显色时, 用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中和至刚好显红色, 再用 0.05mol/L 硫酸溶液中和至红色恰好消失。
- 5.4 加 10% 铬酸钾指示剂 1mL, 用硝酸银标准溶液滴定至橙色即为终点。所消耗硝酸银标准溶液的体积为 *a* mL。取 100mL 试剂水做空白试验, 测定值为 *b* mL。

6 结果的表述

试样中氯化钠含量 *X* (%) 按式 (2) 计算, 即

$$X_{NaCl} = \frac{(a-b)T_{NaCl}}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \tag{2}$$

式中:

- X*_{NaCl} ——试样中氯化钠含量, %;
- a* ——滴定待测液所消耗的硝酸银标准溶液的体积, mL;
- b* ——空白试验消耗硝酸银标准溶液的体积, mL;
- V* ——吸取待测液的体积, mL;
- m* ——试样质量, mg。

7 测定结果的允许差

水溶性盐垢中氯化钠不同含量时的允许差如表 1 所示。

表 1 水溶性盐垢中氯化钠不同含量时的允许差 %

氯化物含量	室内允许差 <i>T</i> ₂	室间允许差 <i>Y</i> _{2,2}
<1.0	0.05	0.1
1.1~10.0	0.2	0.5
10.1~20.0	0.5	1.0
20.1~50.0	1.0	2.0

ICS 27.100

F 24

备案号: 37347-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.18 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 18 部分: 水溶性垢样中氧化钠的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 18: determination of sodium oxide in deposit-forming impuried in steam

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	109
1 范围	110
2 规范性引用文件	110
3 方法概要	110
4 试剂和材料	110
5 仪器	111
6 分析步骤	111
7 结果的表述	111
8 测定结果的允许差	112

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 18 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了检测下限；
- 增加了适用范围；
- 增加了磁力搅拌器；
- 修订测定的方法步骤和计算公式；
- 增加了方法精密度。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：浙江省电力试验研究院。

本部分主要起草人：吴芳芳、钱洲亥、明菊兰、汤治、周飞梅、李海燕。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定

1 范围

本部分规定了采用钠离子选择性电极测量水溶性垢样中氧化钠的测试方法。

本部分适用于测定水溶性垢样中钠（以氧化钠计）的含量，同样适用于测定酸溶后垢样中钠的含量。本部分的检测下限为 0.02%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

3 方法概要

钠是水溶性垢样中的主要阳离子，可用离子选择性电极法测定其含量。钠离子选择性电极的电位随溶液中钠离子的浓度变化而变化，符合能斯特方程，即钠离子浓度的对数与电极电位呈线性关系。测定电位值，求得钠离子的浓度，检测结果以氧化钠计。

本方法同样适用于酸溶后溶液中钠含量的检测，但应控制待测定溶液 pH 值大于 10；不适用于碱熔法和偏硼酸锂熔融法溶解的试液的检测。

本部分的检测下限为 0.02%。

4 试剂和材料

4.1 试剂水和水：符合 DL/T 1151.1 的要求。

4.2 氯化钠标准溶液的配制。

4.2.1 配制钠标准溶液必须用经 $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂氯化钠。

4.2.2 0.1mol/L 标准储备液 (pNa1)：精确称取 5.844 3g 氯化钠溶于水中，置入 1L 的容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。

4.2.3 0.01mol/L 标准储备液 (pNa2)：精确称取 0.584 4g 氯化钠溶于水中，置入 1L 的容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。

4.2.4 0.001mol/L 标准溶液 (pNa3)：精确吸取 100mL 浓度为 0.01mol/L 储备液，移入 1L 容量瓶中，并稀释至刻度。

4.2.5 1×10^{-4} mol/L 标准溶液 (pNa4)：精确吸取 100mL 浓度为 0.001mol/L 的标准溶液，移入 1L 容量瓶中，并稀释至刻度。

4.2.6 标准溶液的保存方法。

0.1, 0.01, 0.001mol/L 标准溶液配制后，应立即置入聚乙烯或聚丙烯瓶中，并于室温下洁净处或冰箱中保存，保存期不超过 1 年。 1×10^{-4} mol/L 标准溶液应随用随配。

4.3 碱化剂：可选用以下任何一种试剂。

4.3.1 二异丙胺： $[(\text{CH}_3)_2\text{CHNHCH}(\text{CH}_3)_2]$ 的含量，纯度应不低于 98%。

4.3.2 三乙醇胺: $[\text{HN}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3]$ 的含量, 纯度应不低于 75%。

5 仪器

5.1 离子计或性能类似的其他表计: 仪器精度应为 $\pm 0.01 \text{pNa}$, 或可精确至 0.1mV 。

5.2 钠离子选择性电极和甘汞电极 (氯化钾浓度为 0.1mol/L), 或复合型钠离子电极。

5.3 磁力搅拌器。

5.4 试剂瓶: 所有试剂瓶均应使用聚乙烯或聚丙烯塑料制品, 塑料容器用洗涤剂清洗后用 1:1 的热盐酸浸泡 6h, 用水冲洗干净后使用。各塑料容器都应专用, 不宜更换不同浓度的定位溶液或互相混淆。

6 分析步骤

6.1 按照有关仪器的说明书进行电极预处理和测量前的准备工作, 使仪器处于使用状态, 测定时磁力搅拌速度应恒定。定位溶液温度和水样温度相差为 $\pm 5^\circ\text{C}$ 。

6.2 仪器校正。

6.2.1 取 pNa3 的标准溶液 100mL 于烧杯中, 加碱化剂 2mL , 调节电极至适当位置, 打开搅拌器电源开关, 缓慢均匀搅拌溶液, 待读数稳定后, 以此溶液定位 (读数 = pNa3)。

6.2.2 取 pNa4 标准溶液 100mL , 加碱化剂 2mL , 均匀搅拌, 待读数稳定后, 以此溶液校核, 若读数为 $\text{pNa4} \pm 0.02$, 即可进行试样测定。并记录电极斜率 S (即 pNa3 和 pNa4 的电位差值)。

6.3 样品的测定。

6.3.1 直接测量法。取水溶性待测试液 $V \text{mL}$ (稀释至 100mL 时, 钠离子浓度在 $10^{-3} \text{mol/L} \sim 10^{-4} \text{mol/L}$ 范围内), 用试剂水稀释至 100mL , 加碱化剂 2mL , 测定该溶液中钠离子的含量, 记为 $\rho \text{mg/L}$ 。

6.3.2 标准加入法。

6.3.2.1 取水溶性待测试液 $V \text{mL}$ (稀释至 100mL 时, 钠离子浓度为 $10^{-3} \text{mol/L} \sim 10^{-4} \text{mol/L}$ 范围内), 注入 100mL 容量瓶, 加碱化剂 2mL , 用试剂水稀释至刻度。

6.3.2.2 将调好 pH 值的试液倒入烧杯中, 把电极插入被测液中, 在搅拌的状态下, 用离子计测出在试验条件下的电位 E_1 。

6.3.2.3 用 1mL 的移液管准确地加入 0.1mol/L 的钠标准溶液 1.00mL , 搅拌均匀后, 再次测量电位 E_2 。

注 1: 若离子计无 pNa 值显示, 读数可用浓度值来表示 (如 mg/L 、 mol/L 等单位表示)。

注 2: 若待测溶液呈酸性, 则应预先加入碱化剂, 确保被测溶液的 pH 值大于 10。

7 结果的表述

7.1 垢样中氧化钠 (Na_2O) 的含量 $X_{\text{Na}_2\text{O}}$ (%) 按式 (1) 计算, 即

$$X_{\text{Na}_2\text{O}} = \frac{\rho \times 0.1 \times 1.348}{m} \times \frac{500}{V} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

ρ —— $V \text{mL}$ 试液稀释后钠离子浓度, mg/L ;

0.1 —— $V \text{mL}$ 试液定容体积, L ;

1.348 —— 钠元素对氧化钠的换算系数;

m —— 垢样的质量, mg ;

V —— 取待测试液的体积, mL 。

计算结果按 GB/T 8170 数值修约规则, 修约至小数点后两位。

7.2 ρ 值的计算

7.2.1 固定离子强度法中, ρ 值为 pNa 计读数, mg/L 。

7.2.2 标准加入法中, ρ 值按照式 (2) 计算, 即

$$\rho = \frac{22.99}{10^{\frac{E_2 - E_1}{S}} - 1}$$

(2)

式中：

- 22.99——钠元素的摩尔质量，g/mol；
- E_2 ——添加钠离子标准溶液的试样电位，mV；
- E_1 ——未添加钠离子标准溶液的试样电位，mV；
- S ——pNa 计电极的实测斜率，mV。

8 测定结果的允许差

氧化钠测定结果的允许差见表 1。

表 1 氧化钠测定结果的允许差

%

氧化钠含量	同一实验室	不同实验室
≤1	0.05	0.20
1~5	0.10	1.20
5~20	0.30	1.80
≥20	0.50	1.30

ICS 27.100

F 24

备案号: 37348-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.19 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 19 部分: 水溶性垢样中 其他成分的测定

**Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 19: determination of other components
in deporsit-forming impurited in steam**

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	115
1 范围	116
2 规范性引用文件	116
3 方法概要	116
4 离子色谱法测定水溶性垢样中的阴离子	116
5 原子吸收光谱法测定水溶性垢样中的阳离子	118
6 安全事项	120
7 分析报告	120



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 19 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了离子色谱法测定水溶性垢样中阴离子含量；
- 增加了原子吸收光度法测定水溶性垢样中阳离子含量。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：华北电力科学研究院有限责任公司、山东电力研究院。

本部分主要起草人：王应高、李永立、星成霞、周少玲、孙丽燕、顾融融。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物水溶性垢样中其他成分的测定方法。

本部分适用于热力系统内沉积的水溶性垢样中其他成分的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

GB/T 11904 水质 钾和钠的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB/T 11911 水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB/T 14636 工业循环冷却水中钙、镁含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14637 工业循环水及水垢中铜、锌的测定 原子吸收光谱法

GB/T 14642 工业循环冷却水及锅炉水中氟、氯、磷酸根、亚硝酸根、硝酸根和硫酸根的测定 离子色谱法

DL/T 502.12 火力发电厂水汽分析方法 第 12 部分：硫酸盐的测定（容量法）

DL/T 1151.1 火电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.15 火电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备

3 方法概要

本标准采用离子色谱法测定水溶性垢样中的阴离子，包括氟离子、氯离子、磷酸根、硝酸根、磷酸根和硫酸根；采用原子吸收光谱法测定水溶性垢样中的阳离子（主要是钾、钠）。

4 离子色谱法测定水溶性垢样中的阴离子

4.1 试剂

4.1.1 试剂水：应符合 DL/T 1151.1 的要求，并参见 GB/T 14642 进行脱气处理。

4.1.2 淋洗液：根据所用分析柱的特性，参考分析柱使用说明书，选择合适的淋洗液。

4.1.3 再生液：根据所用抑制器及其使用方式，参考抑制器使用说明书，选择适合的再生液。

4.1.4 标准储备液。

4.1.4.1 氯离子 (Cl^-) 标准储备液：1000mg/L。称取 1.648g 氯化钠 (105℃烘干 2h) 溶于水中，转移至 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。储于聚丙烯或高密度聚乙烯瓶中，4℃冷藏存放。

4.1.4.2 磷酸根离子 (PO_4^{3-}) 标准储备液：1000mg/L。称取 1.433g 磷酸二氢钾溶于水中，转移至 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。储于聚丙烯或高密度聚乙烯瓶中，4℃冷藏存放。

4.1.4.3 硫酸根离子 (SO_4^{2-}) 标准储备液：1000mg/L。称取 1.479g 无水磷酸钠 (105℃烘干 1h) 溶于水中，转移至 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。储于聚丙烯或高密度聚乙烯瓶中，4℃冷藏存放。

4.1.4.4 硝酸根离子 (NO_3^-) 标准储备液：1000mg/L。称取 1.371g 硝酸钠 (105℃烘干 2h) 溶于水中，转移至 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。储于棕色玻璃磨口瓶中，4℃冷藏存放。

其他阴离子如氟离子 (F^-)、亚硝酸根离子 (NO_2^-) 储备液的配制，根据实际测定的需要，参照 GB/T

14642 中的相关方法进行配制。

4.1.5 离子色谱测定用标准工作溶液。 F^- 、 Cl^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 等阴离子混合标准工作溶液，根据实际测定的离子浓度范围，各取离子标准储备液分别注入一组容量瓶中，用水稀释至刻度，配制成混合标准工作溶液。准备至少三个浓度水平的混合标准溶液。

4.2 仪器和设备

4.2.1 离子色谱仪：该仪器的组成及技术指标要求应符合 GB/T 14642 中相关的规定。

4.2.2 0.45 μm 一次性针筒微膜过滤器（水相）。

4.3 试样的制备

4.3.1 按照 DL/T 1151.15 制备水溶性垢样溶液。

4.3.2 以 0.45 μm 一次性针筒微膜过滤器进行过滤。为防止膜对试样的污染，可用少量样品润洗膜，弃去过滤液的前面部分。

4.3.3 处理后的试样体积应以测试所需要的体积数量为宜。如试样中阴离子的含量偏高，可量取一定量处理后的水样，选择合适的比例稀释。

4.3.4 水溶性垢中钠盐成分主要为氧化钠、氯化钠、碳酸钠、碳酸氢钠、磷酸三钠等，因此水溶性垢溶液有时呈碱性，当按照 DL/T 1151.15 步骤溶样后溶液 pH 值大于 8 时，使用离子色谱测定阴离子应经过预处理，处理步骤如下：

- a) 参照 DL/T 502.12 规定的方法制备阳离子交换柱。
- b) 将阳离子交换柱的液面调至与树脂层面齐平，向交换柱内注满水溶性垢样溶液（本部分 4.3.1），以最快的速度流出，使液面与树脂层面齐平，重复此操作三次。
- c) 再次向交换柱内注满本部分 4.3.1 的溶液，并将液面调至滴定管“0”刻度处，用 50mL 洗净并干燥的取样瓶以每秒 2 滴~3 滴的速度收集流出溶液 5mL。
- d) 用 pH 试纸检验流出液的 pH 值，如果溶液显酸性，用移液管移取本部分 4.3.1 的溶液滴入，调节溶液 pH 值接近 7。

4.4 分析步骤

4.4.1 仪器的准备

4.4.1.1 按照仪器使用说明书调试、准备仪器，平衡系统至基线平稳。选择合适的分析柱、抑制器及相应的工作条件。

4.4.1.2 根据样品离子的浓度正确选择量程范围。

4.4.1.3 选用样品定量环 25 μL 。

4.4.2 混合标准溶液的配制

根据实际工作需要按照本部分 4.1.5 的规定配制。

4.4.3 标准工作曲线的绘制

分析混合标准工作溶液，记录色谱图上的出峰时间，确定阴离子的保留时间；以阴离子浓度为横坐标，以峰高或峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线或计算出回归方程，线性相关系数应大于 0.999 以上。

4.4.4 试样分析

在与标准工作溶液相同的测试条件下，按照 GB/T 14642 的规定对试样进行分析测定。根据被测阴离子的峰高或峰面积，由相应的标准工作曲线确定各阴离子浓度（mg/L）。

4.5 结果计算

4.5.1 应按照式（1）计算垢样中阴离子含量 X_b （%），即

$$X_b = \frac{C_1 \times V}{m} 100\% \quad (1)$$

式中：

b ——垢样中阴离子符号，如 F^- 、 Cl^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- ；

C_1 ——从工作曲线上查出的离子浓度, mg/L;

V ——可溶性垢样溶解时定容体积, L;

m ——称取垢样的质量, mg。

4.5.2 垢样中氯含量应以氯化钠 (NaCl) 形式表示, 质量分数为 Y_1 , 单位为%, 按式 (2) 计算, 即

$$Y_1 = 1.65 \times X_{\text{Cl}^-} \quad (2)$$

4.5.3 垢样中硫酸根含量应以硫酸酐 (SO_3) 形式表示, 质量分数为 Y_2 , 单位为%, 按式 (3) 计算, 即

$$Y_2 = 1.20 \times X_{\text{SO}_4^{2-}} \quad (3)$$

4.5.4 垢样中磷酸根含量应以磷酸酐 (P_2O_5) 形式表示, 质量分数为 Y_3 , 单位为%, 按式 (4) 计算, 即

$$Y_3 = 1.49 \times X_{\text{PO}_4^{3-}} \quad (4)$$

4.5.5 其他离子应按垢样中可能的存在形式进行转换计算。

4.6 精密度

相对标准偏差应小于 3.0%。

5 原子吸收光谱法测定水溶性垢样中的阳离子

5.1 试剂水

应符合 DL/T 1151.1 的要求。

5.2 试剂

5.2.1 硝酸溶液: 1+1。

5.2.2 镧溶液: 称取 31.2g 硝酸镧 ($\text{LaNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 放入烧杯中, 加入适量水溶解, 转移至 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

5.2.3 硝酸铯溶液: 称取 1.0g 固体硝酸铯, 放入烧杯中, 加入适量水溶解, 转移至 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

5.2.4 标准储备液: 1.000g/L。

5.2.5 应按 GB/T 11904、GB/T 14636、GB/T 14637、GB/T 11911 的规定, 配制钾、钠元素的标准储备液, 浓度为 1.000g/L。

5.2.6 钾、钠标准工作溶液: 10mg/L。取钾标准储备液 0.5mL 于 50mL 容量瓶中, 用水稀释到标线, 摇匀备用。用同样的方法配制钠的标准工作溶液。

5.3 仪器和设备

原子吸收光谱仪: 仪器的组成及技术指标要求应符合 GB/T 11904、GB/T 14636、GB/T 14637、GB/T 11911 的规定。

5.4 工作条件的选择

应按照仪器使用说明书所提供的最佳条件分别调节钾、钠的波长 (分别为 766.5nm 和 589.0nm), 调试灯电流、通带、积分时间、火焰条件, 仪器开机点火后应稳定 5min~10min 后进行测定。

5.5 试样的制备

5.5.1 应按照 DL/T 1151.15 制备水溶性垢样溶液。

5.5.2 采用偏硼酸锂熔融法或酸溶法溶解后的垢样溶液, 也可按照 GB/T 14636、GB/T 14637 和 GB 11911 的规定用原子吸收光谱法测定钾、钠、钙、镁、铁、铜、锌等阳离子的含量。

5.6 分析步骤

5.6.1 校准曲线的绘制步骤如下:

a) 分别准确移取钾标准工作溶液和钠标准工作溶液 0.00, 2.50, 5.00, 7.50, 10.00mL, 置于 50mL

容量瓶中。两个标准系列浓度为 0.00, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0mg/L。

- b) 分别加入 2.5mL 硝酸铯溶液和 2.5mL 硝酸 (1+1) 溶液, 用水定容至刻度, 摇匀。
- c) 在仪器最佳工作条件下, 依次调仪器的波长至钾、钠的波长处, 以试剂空白调零测定各校准液的吸光度。
- d) 以测定的吸光度为纵坐标, 相对应的钾和钠含量 (mg/L) 为横坐标, 分别绘制出钾和钠校准曲线。

5.6.2 试样测定步骤如下:

- a) 依次准确移取两份分析试样 V_1 mL 于 50mL 容量瓶中。若试样溶液中钾、钠含量超过标准曲线范围, 可稀释后测定。
- b) 分别加入 2.5mL 硝酸铯溶液和 2.5mL 硝酸 (1+1) 溶液, 用水定容至刻度, 摇匀。
- c) 按校准曲线制作的仪器条件, 以空白调零, 测定其吸光度, 从标准曲线中求得相应的钾和钠的含量 (mg/L)。

5.6.3 测定钙、镁、铁、铜、锌等阳离子含量时, 应按 GB/T 14636、GB/T 14637 和 GB 11911 的规定绘制标准曲线并进行测试。

5.7 结果计算

5.7.1 分析试液中钾、钠含量 (mg/L) 应按式 (5) 计算, 即

$$C_2 = \frac{C_1 \times 50}{V_1} \quad (5)$$

式中:

C_1 ——从校准曲线上查得的测试液中钾、钠的含量, mg/L;

V_1 ——测定时移取的分析试液的体积, mL;

C_2 ——分析试液中钾、钠、钙、镁的含量, mg/L。

5.7.2 垢样中钾含量应以钾的氧化物 (K_2O) 形式表示, 质量分数为 Z_1 , 单位为%, 按式 (6) 计算, 即

$$Z_1 = 1.205 \times \frac{C_2 \times V_2}{m} \times 100\% \quad (6)$$

5.7.3 垢样中钠含量应以钠的氧化物 (Na_2O) 形式表示, 质量分数为 Z_2 , 单位为%, 按式 (7) 计算, 即

$$Z_2 = 1.348 \times \frac{C_2 \times V_2}{m} \times 100\% \quad (7)$$

5.7.4 垢样中钙含量应以钙的氧化物 (CaO) 形式表示, 质量分数为 Z_3 , 单位为%, 按式 (8) 计算, 即

$$Z_3 = 1.40 \times \frac{C_2 \times V_2}{m} \times 100\% \quad (8)$$

5.7.5 垢样中镁含量应以镁的氧化物 (MgO) 形式表示, 质量分数为 Z_4 , 单位为%, 按式 (9) 计算, 即

$$Z_4 = 1.667 \times \frac{C_2 \times V_2}{m} \times 100\% \quad (9)$$

式中:

V_2 ——可溶性垢样溶解时定容体积, L;

m ——垢样质量, mg。

5.8 精密度和准确度

钾和钠含量测定偏差为:

- a) 单个实验室内, 进行六次测定, 相对标准偏差为: 钾 0.50%; 钠 1.52%。
- b) 五个实验室内, 各进行了六次测定, 取得 30 个分析结果, 相对标准偏差为: 钾 2.27%; 钠 0.90%。

6 安全事项

- 6.1 仪器的燃烧器上方要安装排风装置。
- 6.2 两种气源离仪器适当距离。
- 6.3 经常检查管道防止气体泄漏, 严格遵守有关操作规程。
- 6.4 使用乙炔气为燃料时, 钢瓶内含有丙酮和硅藻土等填料, 当压力低于 0.5MPa 时应更换乙炔钢瓶, 防止瓶内丙酮等物会沿着管道流进火焰, 造成火焰燃烧不稳定, 噪声增大。
- 6.5 按照本标准规定进行分析测试时, 应符合 GB/T 11904、GB/T 14636、GB/T 14637、GB/T 11911 中规定的安全要求。

7 分析报告

分析报告应包括下列各项:

- a) 注明引用本部分;
- b) 受检垢样的完整标识, 包括垢样名称、采样地点、采样日期、取样人、厂名等;
- c) 垢样中所测组分含量, %;
- d) 分析人员和分析日期。

ICS 27.100

F 24

备案号: 37349-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.20 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 20 部分: 碳酸盐垢中二氧化碳的测定

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants

Part 20: determination of carbon dioxide in carbonate scale

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	123
1 范围	124
2 方法概要	124
3 试剂	124
4 仪器	124
5 分析步骤	124
6 结果计算	124
7 测定结果的允许差	125
附录 A (规范性附录) 碳酸盐垢中二氧化碳的测定 (重量分析法)	126



前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法的第 20 部分。

本部分根据 GB/T 1.1 的要求进行编写，与 SD 202—1986 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了垢样的细度；
- 减小了称量质量范围；
- 指示剂改变为甲基红—亚甲基蓝；
- 规范了磷酸盐、硅酸盐干扰下的气体吸收重量分析方法。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本部分起草单位：武汉大学。

本部分主要起草人：曹顺安、薛金凤。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定

1 范围

本部分规定了垢与腐蚀产物碳酸盐垢中二氧化碳的测试方法。

本部分适用于测定垢与腐蚀产物碳酸盐垢中二氧化碳的含量。

2 方法概要

垢与腐蚀产物碳酸盐垢中二氧化碳的测定，是用一定量硫酸标准溶液分解试样，过剩的酸用氢氧化钠标准溶液回滴，根据消耗碱量计算二氧化碳含量。

3 试剂

3.1 硫酸标准溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.05\text{mol/L}$ 。

3.2 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 。

3.3 甲基红—亚甲基蓝混合指示液。

4 仪器

4.1 标准筛：0.098mm（160 目）。

4.2 电子天平：感量 0.1mg。

4.3 水浴锅。

4.4 锥形瓶：250mL。

5 分析步骤

5.1 将垢样磨细到全部试样能通过 0.098mm（160 目）标准筛的筛网。

5.2 准确称取 0.1g 试样（称准至 0.2mg），置于 250mL 锥形瓶中，用少许水润湿试样。

5.3 用移液管准确加入 0.05mol/L 硫酸标准溶液 50mL，用插有内径 4mm~5mm 玻璃管的橡胶塞塞住锥形瓶，将瓶放入沸水浴上加热 10min，使试样溶解，气泡停止发生，然后再加热 10min。

5.4 冷却至室温后用水冲洗玻璃管、瓶壁、橡胶塞，加甲基红—亚甲基蓝混合指示液 3 滴，用 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定剩余的酸，溶液由紫红色变为绿色即为终点。

5.5 若试样中磷酸盐、硅酸盐（五氧化二磷或二氧化硅）含量大于 10%，按附录 A 进行测定和计算。

6 结果计算

碳酸盐中二氧化碳含量 X 按式（1）计算，即

$$X = \frac{[50 \times 2 \times c(\text{H}_2\text{SO}_4) - V \times c(\text{NaOH})] \times 44.01}{2 \times m} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ ——硫酸标准溶液浓度，mol/L；

$c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液浓度，mol/L；

V ——滴定剩余酸消耗氢氧化钠的体积，mL；

m —— 试样质量, mg;

44.01 —— 二氧化碳的式量。

7 测定结果的允许差

碳酸盐垢中二氧化碳含量测定结果的室内允许差不大于 0.60%。

附录 A
(规范性附录)

碳酸盐垢中二氧化碳的测定（重量分析法）

A.1 范围

本方法适用于测定含有磷酸盐或硅酸盐的碳酸盐垢样中的二氧化碳。

A.2 方法概要

用盐酸处理碳酸盐垢样，垢样中的碳酸盐分解析出二氧化碳，用碱石棉吸收二氧化碳，根据吸收器质量的增加，求出碳酸盐垢中二氧化碳的含量。

A.3 试剂

A.3.1 盐酸溶液（1+3）。

A.3.2 氢氧化钠溶液（2mol/L）。

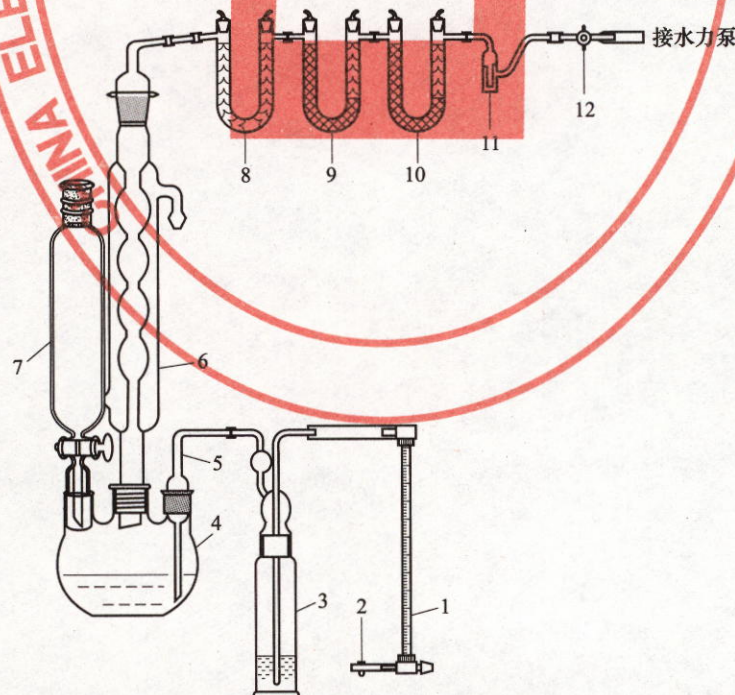
A.3.3 无水氯化钙：粒度 3mm~6mm。

A.3.4 碱石棉：粒度 1mm~2mm。

A.4 仪器

A.4.1 测定装置

二氧化碳测定装置结构如图 A.1 所示。装置由净化系统、反应系统和吸收系统三部分组成。



1—气体流量计；2—弹簧夹子；3—洗气瓶；4—直口三颈平底烧瓶；5—进气管；6—冷凝管；
7—管状具塞漏斗；8~10—U 形管；11—气泡计；12—三通玻璃活塞

图 A.1 二氧化碳测定装置图

A.4.1.1 净化系统

由内装氢氧化钠溶液（本部分 A.3.2）的洗气瓶组成。

A.4.1.2 反应系统

由 1 个 500mL 的直口三颈平底烧瓶、进气管、冷凝器和管状具塞漏斗组成。

A.4.1.3 吸收系统

由以下部件组成：

U 形管（图 A.1 中 8），内装无水氯化钙（本部分 A.3.3），用于吸收从反应系统出来的水分；

U 形管（图 A.1 中 9、10），前 2/3 装碱石棉（本部分 A.3.4），后 1/3 装无水氯化钙（本部分 A.3.3），用于吸收二氧化碳及其与碱石棉反应生成的水分。

A.4.2 电子天平：感量 0.1mg。

A.4.3 气体流量计：量程 20mL/min~500mL/min。

A.4.4 水力泵或下口瓶。

A.4.5 万能电炉。

A.5 试验准备

如图 A.1 所示，将各部件连接好，夹好弹簧夹，关闭漏斗上的活塞，打开各 U 形管和二通玻璃活塞，开启水力泵抽气，经 1min~2min 后，如气泡计每分钟漏气不超过 2 个气泡，则达到气密的要求。

A.6 分析步骤

A.6.1 准确称量按 DL/T 1151.2《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：水分的测定》制备的垢样 1g（称准到 0.001g），放入三颈平底烧瓶中，用 100mL 水将黏附在瓶口的垢样洗入瓶中，轻轻摇动烧瓶使垢样全部处于水中。

A.6.2 接通仪器各部件，打开弹簧夹，以 (50 ± 5) mL/min 的流量抽入空气，约 10min 后，关闭 U 形管（图 A.1 中 8、9、10）及二通玻璃活塞，取下 U 形管（图 A.1 中 9、10），用清洁干燥没有松散纤维的布擦净，用电子天平称量。再将其连到仪器上，重复以上操作，直到每支 U 形管质量变化不超过 0.001g 时为止。

注：每天开始试验时，进行 U 形管质量恒定试验。

A.6.3 将质量恒定的 U 形管重新接好，以 (50 ± 5) mL/min 的流量抽入空气。打开冷却水，在漏斗中加入 25mL (1+3) 的盐酸溶液，打开活塞，使盐酸溶液在 1min~2min 内慢慢滴入平底烧瓶中。注意不要太快，以免反应过猛。为了防止空气进入平底烧瓶，应在漏斗中尚存少量盐酸时，便关闭漏斗活塞。用万能电炉慢慢加热平底烧瓶使其中液体在 7min~8min 后接近微沸。注意，在溶液接近微沸时，应降低加热温度。保持接近微沸状态 30min。停止加热，关闭 U 形管（图 A.1 中 8、9、10）及二通玻璃活塞。然后取下 U 形管（图 A.1 中 9、10），按 A.6.2 所述擦净和称量。

A.7 结果计算

碳酸盐垢中二氧化碳的含量 X 按式 (A.1) 计算，即

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——试验前 U 形管 9 和 10 的总质量，g；

m_2 ——试验后 U 形管 9 和 10 的总质量，g；

m ——碳酸盐垢样的质量，g。

ICS 27.100

F 24

备案号: 37350-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.21 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 21 部分: 金属元素的测定—— 等离子发射光谱法

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants

Part 21: determination of metal-element contents——inductively
coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES)

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言131

1 范围132

2 规范性引用文件132

3 术语和定义132

4 方法概要132

5 试剂与材料133

6 仪器设备133

7 分析步骤133

8 结果的表述134

9 精密度135

附录 A（资料性附录） 金属元素特征测试谱线136

附录 B（资料性附录） 金属元素检出限137

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 21 部分。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：上海市电力公司电力科学研究院。

本部分主要起草人：厉敏宪、龚秋霖、朱向群、忻姿、冯月花。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法

1 范围

本部分规定了火力发电厂垢和腐蚀产物中金属元素的等离子发射光谱测定方法。

本部分适用于处理后火力发电厂垢和腐蚀产物试样中的金属元素钠、镁、铝、钾、钙、铬、锰、铁、镍、铜、锌含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本部分的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本部分。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本部分。

DL/T 1151.1 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 1 部分：通则

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：试样的采集与处理

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

电感耦合等离子体 **inductively coupled plasma (ICP)**

载气点火后在距管口形成的高温原子化激发光源。

3.2

等离子发射光谱法 **inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy**

以电感耦合等离子体为光源的原子发射光谱法。

4 方法概要

等离子发射光谱法是在炬管中产生高频电磁场，使炬管中的氩气电离，产生离子和电子而导电，在炬管口形成火炬状稳定的等离子体炬焰。液态样品由载气（氩气）带入雾化系统进行雾化，并以气溶胶形式进入炬管的中心通道，在高温和惰性气体中充分原子化、电离、激发。不同金属元素的原子在激发或电离时发射出特征光谱，特征光谱的强度与样品中元素的含量成正比。根据特征谱线的波长定性检测金属元素种类，根据某一金属元素特征光谱的强度定量测定该金属元素的含量。

测试金属元素的方法为：该元素的测试强度减去左、右背景强度平均值，即得该元素实际强度的测试结果。典型的金属元素等离子发射光谱测试图谱见图 1。

等离子体发射光谱法测试时存在一些干扰，包括物理干扰、化学干扰和光谱干扰。本方法主要存在光谱干扰，即共存元素的谱线重叠、未解离的分子光谱谱带的重叠、连续或复合现象的背景影响、各种因素产生的漫射光和散色光，通常可以采用选用非重叠波长、背景校正等方法解决。常见金属元素谱线的光谱干扰参见附录 A。

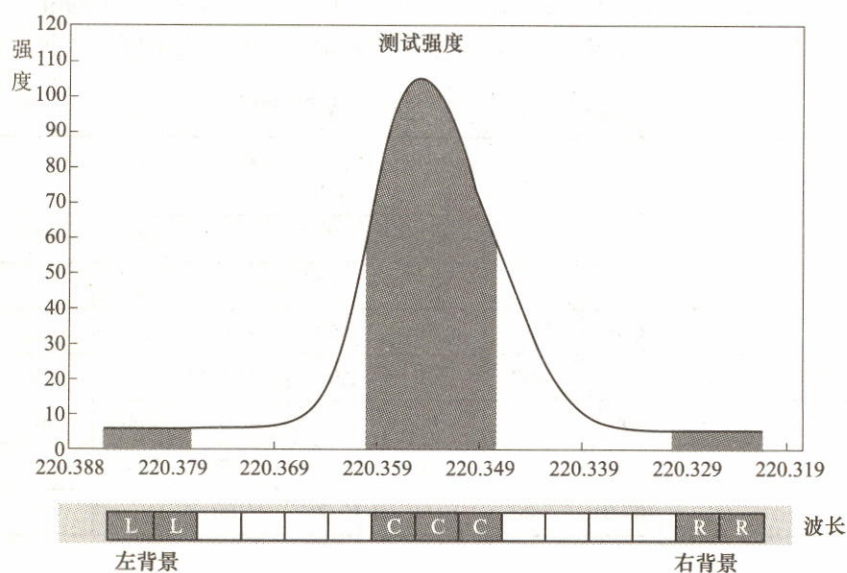


图 1 测试图谱

5 试剂与材料

- 5.1 试剂水：符合 DL/T 1151.1 的要求。
- 5.2 硝酸 (HNO₃)：分析纯， $\rho_{20}=1.42\text{g/mL}$ 。
- 5.3 盐酸 (HCl)：分析纯， $\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$ 。
- 5.4 氩气：纯度不低于 99.99%。
- 5.5 标准溶液：市售的有证标准溶液，钠、镁、铝、钾、钙、铬、锰、铁、镍、铜、锌单一金属元素 1.000g/L。

6 仪器设备

等离子发射光谱仪：电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

7 分析步骤

7.1 等离子发射光谱仪调整

按照仪器说明书的要求，打开仪器电源。仪器稳定后，优化仪器操作参数，使其最佳化，需优化的参数包括高频功率、载气流量、雾化压力、积分时间和进样速率等。

设置待测金属元素测试谱线，标准不指定特定的测试谱线，推荐选择的特征测试谱线见附录 A。使用时应检查测试谱线的干扰情况，如有干扰可选用其他特征谱线。

7.2 待测试液

待测试液的制备见 DL/T 1151.2。测定时根据表 1 金属元素校准溶液浓度范围进行必要的稀释，并记录稀释倍数 D 。

待测试液制备时，按 DL/T 1151.2 相同的方法制备空白溶液。

7.3 混合工作溶液

用移液管准确吸取 10.00mL 金属元素钠、钙、铁、铝、锰、铜、铬标准溶液（本部分 5.5），5.00mL 金属元素钾、镁、镍、锌标准溶液（本部分 5.5）于 100mL 容量瓶中定容，配制含 100mg/L 金属元素钠、钙、铁、铝、锰、铜、铬和 50mg/L 金属元素钾、镁、镍、锌的混合工作溶液。

7.4 混合校准溶液

按表 1 规定用移液管准确吸取一定体积的混合工作溶液（本部分 7.3）于 100mL 容量瓶中，同时加 1mL HNO₃（本部分 5.2）或 HCl（本部分 5.3）酸化并定容，配制一组不同浓度的金属元素混合校准溶液。

表 1 混合校准溶液配制

编号	混合工作 溶液体积 mL	金属元素校准溶液浓度 mg/L										
		钠	镁	铝	钾	钙	铬	锰	铁	镍	铜	锌
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0.50	0.50	0.25	0.50	0.25	0.50	0.50	0.50	0.50	0.25	0.50	0.25
3	2.00	2.00	1.00	2.00	1.00	2.00	2.00	2.00	2.00	1.00	2.00	1.00
4	4.00	4.00	2.00	4.00	2.00	4.00	4.00	4.00	4.00	2.00	4.00	2.00
5	7.00	7.00	3.50	7.00	3.50	7.00	7.00	7.00	7.00	3.50	7.00	3.50
6	10.00	10.00	5.00	10.00	5.00	10.00	10.00	10.00	10.00	5.00	10.00	5.00

7.5 校准曲线绘制

按本部分 7.1 进行仪器的调整后，设定每一个待测金属元素测试谱线。根据表 1 每一校准溶液中各种金属元素的浓度，在等离子发射光谱仪上建立测试程序，进行校准溶液测试，测定每一校准溶液中每个金属元素在设定测试谱线处的等离子发射光谱强度。然后以待测金属元素测试谱线等离子发射光谱强度为纵坐标，以每一校准溶液对应金属元素浓度为横坐标绘制校准曲线。

7.6 待测试液测定

在与校准曲线绘制（本部分 7.5）相同的测试条件下，依次测试空白和待测试液（本部分 7.2）中金属元素的等离子发射光谱强度，扣除空白后，在校准曲线上查得待测金属元素浓度 c 。

8 结果的表述

待测试液的测定结果如小于各金属元素的定量下限报未检出，附录 B 为参考的检出限。火力发电厂垢和腐蚀产物中金属元素的含量以该元素的高价氧化物形式表示，按式（1）计算各金属元素组分的含量，即

$$X(R_xO_y) = \frac{c \times D \times V \times G \times 10^{-4}}{m} \times 100\% \tag{1}$$

式中：

$X(R_xO_y)$ —— 试样中被测金属元素氧化物含量，%；

c —— 试液中被测金属元素浓度，mg/L；

D —— 试液的稀释倍数；

V —— 试液定容体积，mL；

G —— 金属元素氧化物换算系数，参见表 2；

m —— 试样质量，g。

表 2 金属元素氧化物换算系数

氧化物	换算系数
Na ₂ O	1.348
MgO	1.658
Al ₂ O ₃	1.890

表 2 (续)

氧化物	换算系数
K ₂ O	1.205
CaO	1.399
CrO ₃	1.923
MnO ₂	1.579
Fe ₂ O ₃	1.430
Ni ₂ O ₃	1.409
CuO	1.252
ZnO	1.245

9 精密度

同一实验室重复测定的相对标准偏差应不大于 2%。

附 录 A
(资料性附录)
金属元素特征测试谱线

金属元素	测试谱线 nm	干扰元素
Na	588.995	—
Mg	279.553	Mn
Al	167.079	—
	308.215	Mn
K	766.490	Fe
	769.896	—
Ca	393.366	Cu
Cr	283.563	—
Mn	257.610	Al Cr Fe
Fe	259.840	Mn
	239.204	—
Ni	221.647	—
Cu	324.754	Fe
Zn	213.856	Cu Ni
	202.548	Mg

附录 B
(资料性附录)
金属元素检出限

金属元素	测试谱线 nm	检出限 μg/L
Na	588.995	0.2
Mg	279.553	0.005
Al	167.079	0.1
K	766.490	0.2
Ca	393.366	0.005
Cr	283.563	0.1
Mn	257.610	0.05
Fe	259.940	0.15
Ni	221.647	0.2
Cu	324.754	0.3
Zn	213.856	0.05

ICS 27.100

F 24

备案号: 37351-2012

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1151.22 — 2012

代替 SD 202 — 1986

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 22 部分: X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

Analytical methods of scale and corrosion products in power plants
Part 22: standard test methods of X—ray fluorescence spectrometry and
X—ray diffraction

2012-08-23 发布

2012-12-01 实施

国家能源局 发布

目次

前言141

1 范围142

2 规范性引用文件142

3 名词和术语142

4 方法概要143

5 试样的采集与处理143

6 化学成分分析143

7 物相分析145

8 分析结果的校核147

9 试验报告147

前 言

DL/T 1151—2012《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》分为 22 个部分：

- 第 1 部分：通则
- 第 2 部分：试样的采集与处理
- 第 3 部分：水分的测定
- 第 4 部分：灼烧减（增）量的测定
- 第 5 部分：三氧化二铁的测定
- 第 6 部分：三氧化二铝的测定
- 第 7 部分：铜的测定——分光光度法
- 第 8 部分：铜的测定——碘量法
- 第 9 部分：氧化钙和氧化镁的测定
- 第 10 部分：二氧化硅的测定
- 第 11 部分：氧化锌的测定
- 第 12 部分：磷酸酐的测定
- 第 13 部分：硫酸酐的测定——硫酸钡光度法
- 第 14 部分：硫酸酐的测定——铬酸钡光度法
- 第 15 部分：水溶性垢待测试液的制备
- 第 16 部分：水溶性垢中碱、碳酸盐及重碳酸盐的测定
- 第 17 部分：水溶性垢样中氯化物的测定
- 第 18 部分：水溶性垢样中氧化钠的测定
- 第 19 部分：水溶性垢样中其他成分的测定
- 第 20 部分：碳酸盐垢中二氧化碳的测定
- 第 21 部分：金属元素的测定——等离子发射光谱法
- 第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

本部分为 DL/T 1151—2012 的第 22 部分。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：西安热工研究院有限公司。

本部分主要起草人：孙巍伟、田利、戴鑫、史庆琳、王广珠。

本部分自实施之日起代替 SD 202—1986《火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法》。

本部分在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法

第 22 部分：X—射线荧光光谱和 X—射线衍射分析

1 范围

本部分规定了使用 X 射线荧光光谱法、X 射线衍射法对火力发电厂垢和腐蚀产物的化学成分（C～U）和物相组成进行定性、定量分析的方法。

本部分适用于使用 X 射线荧光光谱法、X 射线衍射法对火力发电厂垢和腐蚀产物的化学成分（C～U）和物相组成进行定性、定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GBZ 115 X 射线衍射仪和荧光分析仪卫生防护标准

GBW (E) 130014 X 射线衍射硅粉末标准物质

GBW (E) 130017 X 射线衍射仪器校准和定量 α -SiO₂ 标准物质

DL/T 1151.2 火力发电厂垢和腐蚀产物分析方法 第 2 部分：试样的采集与处理

JJG 810 波长色散 X 射线荧光光谱仪

JJG 629 多晶 X 射线衍射仪检定规程

JY/T 009—1996 转靶多晶体 X 射线衍射方法通则

3 名词和术语

3.1

X 射线荧光光谱分析 X-ray fluorescence spectrometry analysis

原子内层轨道电子受外界高能 X 射线激发，跃迁至外层轨道，产生空轨道。原子外层轨道电子跃入内层空轨道时放出能量，产生该元素的特征 X 射线（也称作荧光 X 射线），特征 X 射线由一系列不连续的、表示发射元素特征的独立谱线组成。分析试样的荧光 X 射线中的特征 X 射线及其强度，可进行试样中各种化学成分的定性、定量分析，称为 X 射线荧光光谱分析（XRF 分析）。

3.2

分析线 analyte lines

用于判定某待测元素是否存在，并根据其相对强度确定待测元素含量的特征谱线。

3.3

背底 background

叠加在分析线上的连续谱，主要来自试料对入射辐射的散射，也叫作本底、背景。

3.4

物相分析 phase analysis

对物质存在的状态、形态、价态进行确定的分析过程。

3.5

X 射线衍射分析 X-ray diffraction analysis

X 射线照射到晶体上发生散射，散射波中与入射波波长相同的相干散射波互相干涉，产生衍射图谱

(X-ray diffraction pattern, 也称作 X 射线衍射花样或 XRD 图谱)。不同物相的化学成分和晶体结构不同, 形成不同的衍射图谱。当试样为多晶体 (即晶体粉末) 时, 得到粉末衍射图谱。分析试样的 XRD 图谱中各衍射线的位置及相对强度, 可进行试样中各种物相的定性、定量分析, 称为 X 射线衍射分析 (XRD 分析)。

3.6

粉末衍射文件 powder diffraction file

已知物质的粉末 XRD 图谱, 用作与待测样品的 XRD 图谱比对以确定该物质是否存。“国际衍射数据中心” (ICDD) 出版的粉末衍射文件 (简称 PDF 卡片) 是使用最广泛的标准粉末衍射图谱。

3.7

全谱拟合分析 whole pattern fitting analysis

以 X 射线与晶体相互作用的理论、晶体结构模型和晶体结构参数为基础, 利用各种峰型函数, 计算多晶体的 X 射线衍射谱图, 通过调整晶体结构模型及其参数、峰型函数及其参数, 使计算的多晶体衍射谱图与实验衍射谱图相符合, 从而获得试样的晶体结构参数和组成的试验数据处理方法。

4 方法概要

本部分利用 X 射线荧光分析法分析试样中的化学成分的含量; 利用 X 射线衍射分析法分析试样中所含有的物相; 利用全谱拟合软件处理 X 射线粉末衍射实验数据, 确定试样中各种物相的含量。

5 试样的采集与处理

5.1 试样的采集

5.1.1 试样采集的方法根据 DL/T 1151.2 进行。

5.1.2 根据分析目的、试样的形态不同, 可以采集粉末 (颗粒) 试样或整块固体试样。如果为粉末 (颗粒) 试样, 采样量应不少于 15g。特定区域、微区分析的整块固体试样在取样时应保证分析的区域有适宜的平面部分可用于 XRF 分析或 XRD 分析。

5.2 试样预处理

5.2.1 粉末 (颗粒) 试样应按 DL/T 1151.2 的规定逐级粉碎、缩分至粒度小于 150 μm (即全部通过 100 目筛)。

5.2.2 取 10g~15g 试样 (本部分 5.2.1), 粉碎至粒度小于 74 μm (即全部通过 200 目筛)。如有专用的制样设备, 可直接粉碎至粒度小于 45 μm (即全部通过 330 目筛), 用于 XRF 分析。

5.2.3 取 2g~3g 试样 (本部分 5.2.2), 粉碎至粒度小于 45 μm (如果有专用的制样设备可将试样粉碎后粒度控制在 0.1 μm ~10 μm 之间, 将有助于改善分析结果的不确定度), 用于 XRD 分析。

5.2.4 将粉碎好的试样 (本部分 5.2.2 和 5.2.3) 在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 2h, 放入干燥器内保存。

5.2.5 进行特定区域分析、微区分析的试样, 应采用适当方法将试样切割至分析仪器允许的形状和大小, 将待分析区域根据分析要求进行处理后, 放入干燥器内保存待测。本部分未规定此类试样的化学成分及物相分析方法, 可参照本部分中粉末试样的定性和定量分析方法及相关仪器对试样的要求进行分析。

6 化学成分分析

6.1 试剂

硼酸, XRF 分析专用, 用作难成型试样压片时的黏合剂, 500 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2h, 放入干燥器内备用。

6.2 有证标准样品/标准物质

有证标准样品/标准物质用于绘制校准曲线和对仪器进行校正。

6.3 仪器及设备

6.3.1 X 射线荧光光谱仪, 符合 JJG 810 的要求, 应配备相应软件, 可进行定性分析、无标定量分析、

定量分析等。不同型号或不同配置的仪器可分析的元素范围不同,如果试样中含有 C 元素,应优先选择可分析 C~U 元素的仪器。根据仪器设计和检测方法的不同,常见的 X 射线荧光光谱仪可分为波长色散型荧光光谱仪 (Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Analysis, WDXRF) 和能量色散型荧光光谱仪 (Energy Dispersive X-ray Fluorescence Analysis, EDXRF), 推荐采用波长色散型荧光光谱仪。

注: X 射线荧光光谱仪应由专职人员操作, 防护设施应符合 GBZ 115 的规定。

6.3.2 X 射线荧光分析制样用粉末压片机, 可以控制压片的时间及压力。

6.3.3 玛瑙研钵或试样粉碎机。

6.4 化学成分定性及无标定量分析

6.4.1 试样压片

6.4.1.1 称取约 4.0g 试样 (本部分 5.2.2), 放入粉末压片模具内拨平, 用硼酸 (本部分 6.1.1) 镶边垫底, 用粉末压片机 (本部分 6.3.2) 在固定的压力宜选择 $2.94 \times 10^5 \text{N} \sim 3.43 \times 10^5 \text{N}$ 下, 保持 10s~30s, 压制成试样圆片 (制备所有有证标准样品/标准物质、试样等压片的时间和压力应保持一致), 放于干燥器内保存待测。

6.4.1.2 如果试样的黏合性不好导致压片成型困难, 可在试样中加入 20%~40% 的硼酸 (本部分 6.1.1) 作为黏合剂, 混合均匀后, 按本部分 6.4.1.1 压片后分析。此情况下的分析结果应根据加入硼酸 (本部分 6.1.1) 的量进行校正。

6.4.2 定性及无标定量分析

6.4.2.1 按照操作规程将仪器 (本部分 6.3.1) 设置到工作状态, 稳定 30min 以上。

6.4.2.2 选择无标定性一定量分析软件, 输入试样基本信息, 试样状态可选择为氧化物、粉末压片。

6.4.2.3 根据试样来源情况, 选定待分析的元素。碳酸盐、硫酸盐、硅酸盐、磷酸盐、硫化物及各种金属氧化物是凝汽器、锅炉管道、汽轮机叶片等系统 (设备) 垢和腐蚀产物主要的存在形式, 应予重点考虑。如果不能确定待分析元素的范围, 应选择仪器能够分析的全部元素进行分析 (如果使用的仪器不能分析 C 元素, 则应通过其他的分析试验确定试样中是否含有 C 元素及其含量)。

6.4.2.4 根据待分析的元素, 选择测量条件。

6.4.2.5 测量试样压片 (本部分 6.4.1) 的 XRF 光谱, 通过无标定量软件确定试样的成分及含量, 结果以元素的形式表示。

6.5 化学成分定量分析

6.5.1 校准曲线

6.5.1.1 选择有一定浓度和梯度范围的系列有证标准样品/标准物质 (本部分 6.2) 作为标准校准样品, 并确保每个测量元素的有证浓度的数量应大于或等于该元素校准曲线系数个数的 3 倍。如果选用的系列有证标准样品/标准物质未能覆盖待测试样的含量范围, 可使用系列有证标准样品/标准物质的混合物或加入高纯试剂配制合成标样。

6.5.1.2 将系列有证标准样品/标准物质按本部分 6.4.1.1 压片。

6.5.1.3 确定各元素的分析条件。

6.5.1.4 对系列有证标准样品/标准物质的压片 (本部分 6.5.1.2) 进行分析。

6.5.1.5 根据实际情况选择合适的校准方程, 如理论 α 影响系数法、基本参数法、经验 α 系数法等。但必须注意校准方程系数的个数, 每增加一个系数, 须增加 3 个标准样品以确保该系数的可靠性。

6.5.2 试样的测定

6.5.2.1 按照仪器说明书将仪器 (本部分 6.3.1) 设置到工作状态, 稳定 30min 以上。

6.5.2.2 选择相应的分析方法开始测量。

6.5.2.3 为补偿背景和灵敏度漂移, 需先进行漂移校正。漂移校正试样对每个元素均应包括一个零含量和一个高含量标准试样, 高含量点应大于待测元素最高含量的 0.6 倍。漂移校正试样按本部分 6.4.1.1 压片后测量。

6.5.2.4 试样（本部分 5.2.2）按本部分 6.4.1.1 压片后测量，每个待测试样平行测定两次。

6.5.2.5 计算各种成分的含量，以元素的形式、质量百分数表示。

6.5.2.6 用平均值表示结果，结果保留到小数点后一位。

6.5.3 精密度

在重复性条件下，含量不大于 1.0% 的成分，绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%，以大于 10% 的情况不超过 5% 为前提；含量大于 1.0% 的待测成分，绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 5%，以大于 5% 的情况不超过 5% 为前提。

7 物相分析

7.1 试剂

7.1.1 α - Al_2O_3 ，光谱纯，粒度为 $0.1\mu\text{m}\sim 48\mu\text{m}$ ，放于铂金皿中，在 $1200^\circ\text{C}\sim 1300^\circ\text{C}$ 灼烧 24h，干燥器内保存待用，相分析用参考物质。

7.1.2 GBW (E) 130017, α - SiO_2 标准物质，相分析用参考物质。

7.2 有证标准样品/标准物质

7.2.1 有证标准样品/标准物质用于对仪器进行校正或加入试样中作参考物质。

7.2.2 GBW (E) 130014, 硅标准物质，用于仪器校正。

7.3 仪器及设备

7.3.1 X 射线衍射仪应满足 JJG 629 中 B 级的要求，并定期使用有证标准样品/标准物质（本部分 7.2.2）对仪器角度和衍射线强度进行校正。

注：X 射线衍射仪应由专职人员操作，防护设施符合 GBZ 115 的要求。

7.3.2 仪器使用计算机控制，配备晶体粉末数据库检索软件、PDF 数据库文件、X 射线衍射图谱全谱拟合处理软件。检索软件应可进行全自动检索，或针对特定衍射峰出现的位置、试样的化学成分等条件进行定性检索。

7.4 测定

7.4.1 按照操作规程将仪器（本部分 7.3.1）设置到工作状态，稳定 30min 以上。

7.4.2 取 0.4g 试样（本部分 5.2.3），平铺于试样载玻片上，用毛玻璃片从垂直方向压平，置于 X 射线衍射仪（本部分 7.3.1）的试样架上待测。

7.4.3 输入试样信息，设定测量条件。一般情况下测量参数可设定如下（也可先采用扫描速度 2θ 不小于 $4^\circ/\text{min}$ ，对样品进行一次快速扫描，根据扫描结果设定参数）：

- a) 发散狭缝和散射狭缝不大于 1° 。
- b) 接受狭缝不大于 0.2mm。
- c) 扫描方式：步进扫描（如果采用连续扫描，则扫描速度 2θ 不大于 $0.5^\circ/\text{min}$ ）。
- d) 扫描步长不大于 0.02° ，每步停留时间不小于 2s。
- e) 扫描范围： $15^\circ\sim 80^\circ$ 。

7.4.4 测定试样的 XRD 图谱。试样的 XRD 图谱最强衍射峰强度应不小于 1×10^4 ，如果小于此计数值，应增加每步停留时间。

7.4.5 每个待测试样平行测定两次，保存测定结果。

7.5 物相定性分析

7.5.1 用物相检索软件打开试样的 XRD 图谱（本部分 7.4.5）。

7.5.2 如果试样的 XRD 图谱由多个尖锐的峰和连续的背底组成，且背底基本为一水平线，可判断试样组成物相为晶态物质。

7.5.3 如果试样的 XRD 图谱为一条只有 1 个、2 个弥散峰的散射曲线或无任何特征的散射线，可判断该试样组成为非晶态物质。

7.5.4 如果试样的 XRD 图谱表现为在尖锐峰衍射下有弥散峰的散射曲线,可判断该试样含有非晶态物质。含有非晶态物质的试样可对其所含的晶态物质进行分析。

7.5.5 使用软件对试样的 XRD 图谱进行 K_{α_2} 谱线分离、平滑、扣除背底(上述对图谱的修正视仪器操作条件、图谱质量而定,可选择全部或部分项目进行,也可不进行)等操作。

7.5.6 采用软件自动或手动寻峰。如采用软件自动寻峰,应进行检查,防止漏峰。

7.5.7 根据化学成分分析结果(本部分 6.5.3),按照元素含量的大小顺序,依次选定检索的元素组合(每次选择检索的元素组合应符合基本阴、阳离子组合要求),提高检索的准确度。

7.5.8 由计算机进行检索,对检索结果列出的备选物相结合 PDF 卡片数据进行选择,确定试样中存在的物相。由于 PDF 卡片数量巨大,同一种物相会检索出大量备选卡片,确定物相时应注意结合具体试样的 XRD 图谱进行比选,同样情况下,尽量选择最新版本的卡片。

7.5.9 重复本部分 7.5.7、7.5.8,直到选定的物相及其组合能够解释试样的 XRD 图谱中所有的衍射峰及相对强度,也能够解释试样化学成分分析结果且在误差范围之内(如果试样中含有非晶态物质,则应注意 SiO_2 等易形成非晶态物质成分可能会有部分以非晶态形式存在,产生较大差异)。

7.5.10 确认物相检索结果并存储,准备进行物相定量分析。

7.5.11 如果在物相定性分析时发现 XRD 图谱表现明显的择优取向、各峰的相对强度与 PDF 卡片中相应峰的相对强度有明显差异等现象,则应按照 JY/T 009—1996 中 7.1、7.2 的规定重新制样分析。

7.6 物相定量分析

7.6.1 不含非晶态成分试样的物相定量分析

7.6.1.1 运行全谱拟合分析软件,调入试样的 XRD 图谱(本部分 7.4.5)原始数据。

7.6.1.2 调入试样中各物相(本部分 7.5.10)的初始晶体结构模型数据。

7.6.1.3 进行全谱拟合分析,分步修正参数,改善修正结果。

7.6.1.4 当 RW 因子降至 10% 以下,结束全谱拟合,保存测定结果。

7.6.2 含有非晶态物质试样的物相定量分析

7.6.2.1 称取相同质量(精确到 1mg)的试样(本部分 5.2.3)和参考物质(本部分 7.1.1,如果试样中含有 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$,则参考物质可选用 $\alpha\text{-SiO}_2$,即本部分 7.1.2),混合均匀。

7.6.2.2 取 0.4g 混合物(本部分 7.6.2.1),按照本部分 7.4.2~7.4.5 制样并测定。

7.6.2.3 运行全谱拟合分析软件,调入混合物的 XRD 图谱(本部分 7.4.5)原始数据,调入试样中各物相(本部分 7.5.10)和参考物质的初始晶体结构模型数据,重复本部分 7.6.1.3~7.6.1.4。

7.6.2.4 对全谱拟合结果按式(1)进行修正,得到各物相的实际含量,即

$$x_i = \frac{x_{iw}}{x_{rw}} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

x_i ——试样中晶态物质 i ($i=1, 2, 3, \dots, n, i \neq a$) 的实际含量, $w\%$;

x_{iw} ——拟合出的试样与参考物质的混合物中晶态物质 i 的含量, $w\%$;

x_{rw} ——拟合出的试样与参考物质的混合物中参考物质 r 的含量, $w\%$ 。

7.6.2.5 试样中各种非晶态物质的总含量按式(2)进行计算,即

$$x_a = \left(1 - \sum x_i\right) \times 100\% \quad (2)$$

式中:

x_a ——试样中各种非晶态物质的实际含量的总和, $w\%$ 。

7.6.2.6 用平均值表示结果,结果用整数表示。

7.6.3 精密性

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值不大于 10%,以大于 10% 的情况不超过 5% 为前提。

8 分析结果的校核

XRF 化学成分分析结果和 XRD 物相分析结果的一致性应进行校核。校核时将 XRD 物相分析结果转变成化学成分（即元素含量）的形式表示，将同种元素的含量相加，与 XRF 化学成分分析结果比较。两项测定结果（即元素含量）的绝对差值不大于 10%，以大于 10% 的情况不超过 5% 为前提。

物相分析中未出现的元素不参与校核。

9 试验报告

试验报告应至少包括下面的内容：

- a) 试样信息，包括试样名称、来源、取样日期、取样位置（部位）、前处理过程等。
 - b) 使用的标准及出版年号。
 - c) XRF 仪器型号、辐射类型、仪器操作条件、定性分析方法、定量分析方法等。
 - d) XRD 仪器型号、辐射类型、仪器操作条件、定性分析方法、定量分析方法等。
 - e) 试样的化学成分分析结果：以元素形式、质量百分数表示，微量成分（含量小于 0.1%）除特别要求的，可不报告。
 - f) 试样的物相成分分析结果：以物相形式、质量百分数表示。
 - g) 试验日期。
-