

ICS 27.100

F 24

备案号: 40028-2013

**DL**

# 中华人民共和国电力行业标准

DL / T 1202 — 2013

---

## 火力发电厂水汽中铜离子、铁离子的测定 溶出伏安极谱法

Analytical methods for copper and iron in steam and  
water in fossil fuel power plants  
Stripping voltammetry polarography

2013-03-07 发布

2013-08-01 实施

---

国家能源局 发布

## 目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法提要	1
4 试剂	1
5 仪器	2
6 分析步骤	2
7 结果计算	3
8 精密度	3
9 分析报告	3
附录 A (资料性附录) 检测方法参数及参考谱图	4

## 前 言

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司、武汉大学、湖北电力试验研究院、瑞士万通公司。

本标准主要起草人：田利、刘绍银、曹顺安、陈朝晖、沈肖湘、史庆琳。

本标准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）。



# 火力发电厂水汽中铜离子、铁离子的测定

## 溶出伏安极谱法

### 1 范围

本标准规定了火力发电厂水汽中铜离子、铁离子的伏安极谱测定方法。

本标准适用于锅炉给水、凝结水、蒸汽、发电机冷却水和炉水等水样中的铜离子、铁离子的测定。检测范围：铜为 0~100 $\mu$ g/L；铁为 0~100 $\mu$ g/L。

### 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 6903 锅炉用水和冷却水分析方法 通则

GB/T 6907 锅炉用水和冷却水分析方法 水样的采集方法

### 3 方法提要

在一定的缓冲条件及还原电位下，溶液中铜离子、铁离子被还原到悬汞电极上；通过施加反向电压，使悬汞电极上的金属单质被氧化为相应的金属离子而进入溶液。利用氧化过程中产生的电流计算出样品中铜离子、铁离子的含量。

### 4 试剂

4.1 试剂水：应符合 GB/T 6903 规定的 I 级试剂水的要求。

4.2 试剂纯度：应符合 GB/T 6903 要求。

4.3 盐酸：(1+1)，用优级纯的盐酸配制。

4.4 硝酸：(1+1)，用光谱纯或优级纯的硝酸配制。

4.5 硫酸：(1+2)，用光谱纯或优级纯的硫酸配制。

4.6 pH=4.6 的缓冲溶液：移取 11.4mL 优级纯的冰醋酸溶于装有约 50mL 试剂水的 100mL 容量瓶中，然后加入 7.5mL 优级纯氨水，使用试剂水定容备用。

4.7 氨水：(1+1)，用光谱纯或优级纯的氨水配制。

4.8 氯化钾溶液，3mol/L：称取 11.182g 优级纯的氯化钾，加入试剂水溶解后，转移至 50mL 容量瓶，定容后装入塑料瓶中备用。

4.9 铜离子标准储备液，100mg/L：称取 0.1000g 金属铜（含铜 99.99%以上）于烧杯中，加入硝酸溶液（4.4）20mL，硫酸溶液（4.5）5mL，缓慢加热溶解，溶解后用试剂水定容至 1000mL。

4.10 铜离子标准溶液 I，1000 $\mu$ g/L：准确移取铜离子标准储备液 10mL 于 1000mL 容量瓶中，用试剂水稀释至刻度备用。

4.11 铜离子标准溶液 II，100 $\mu$ g/L：准确移取铜离子标准溶液 I 10mL 于 100mL 容量瓶中，用试剂水稀释至刻度备用。

4.12 pH=8.9 的氨缓冲溶液：称取 15.24g 优级纯的氯化铵，用试剂水溶解后转移至 100mL 聚丙烯容量瓶中，小心加入 7.5mL 优级纯的氨水，加试剂水定容至刻度备用。



4.13 DHN 溶液：称取 0.16g DHN，用光谱纯甲醇溶解后转移至 50mL 聚丙烯容量瓶中，加甲醇定容至刻度备用。

注：DHN 化学名为 2,3 萘二酚（CAS：92-44-4），纯度优于 98%。

4.14 溴酸钾溶液：称取 3.32g 基准溴酸钾，溶解后转移至 50mL 聚丙烯容量瓶中，加试剂水定容至刻度备用。

4.15 铁离子标准储备液，100mg/L：称取 0.1000g 金属铁（含铁 99.99%以上）于烧杯中，加入硝酸溶液（4.4）50mL，溶解过程中加入 0.05g 过硫酸铵，溶解后用试剂水定容至 1000mL。

4.16 铁离子标准溶液 I，1000 $\mu$ g/L：准确移取铁离子标准储备液 10mL 于 1000mL 容量瓶中，用试剂水稀释至刻度备用。

4.17 铁离子标准溶液 II，100 $\mu$ g/L：准确移取铁离子标准溶液 I 10mL 于 100mL 容量瓶中，用试剂水稀释至刻度备用。

4.18 高纯氮气：N<sub>2</sub> 纯度不小于 99.999%。

4.19 稀硝酸：（1+10），用光谱纯或优级纯的硝酸配制。

## 5 仪器

5.1 伏安极谱仪及相应的辅助设备。

5.2 工作电极：汞电极。

5.3 参比电极：Ag/AgCl 电极或甘汞电极。

5.4 辅助电极：Pt 电极。

5.5 移液枪：规格 100 $\mu$ L、1mL。

## 6 分析步骤

6.1 实验所涉及的器皿、器具等物品都应保持洁净。第一次使用前，应用稀硝酸（1+10）浸泡 48h 以上。

6.2 按仪器使用说明书要求选择最佳测量参数。具体设置参数参见附录 A。

6.3 水样的采集及制备。

6.3.1 水样的采集方法应符合 GB/T 6903 的要求。

6.3.2 用预先加入 1mL 硝酸（1+1）的取样瓶，采集水样 100mL。取 50mL 水样于 100mL 烧杯中，用电热板加热，使水样体积浓缩至 20mL~25mL，冷却后用氨水（4.7）将水样 pH 值调节至中性（可用精密 pH 试纸测试），转移至 50mL 容量瓶定容。

注：如酸化水样和酸化后加热消解水样测试结果一致，可不必进行加热消解。

6.4 铜离子的测定。

6.4.1 移取 15mL 水样至电极测量杯中。

6.4.2 向测量杯中加入 0.50mL pH=4.6 的缓冲溶液（4.6）和 0.10mL 氯化钾溶液（4.8）。

6.4.3 按仪器设定的铜离子测定的操作程序进行测量，记录样品极谱峰高值  $A_{0,Cu}$ 。

6.4.4 继续向测量杯中加入 0.10mL 铜离子标准溶液 II，测量并记录极谱峰高值  $A_{1,Cu}$ ；再向测量杯样品中加入 0.10mL 铜离子标准溶液 II，测量并记录极谱峰高值  $A_{2,Cu}$ 。

6.4.5 试剂水按照 6.4.1~6.4.3 进行空白试验，记录空白极谱峰高值  $A_{b,Cu}$ 。

6.5 铁离子的测定。

6.5.1 移取 15mL 水样至电极测量杯中。

6.5.2 向测量杯中加入 0.01mL DHN 溶液（4.13）、0.50mL 氨缓冲溶液（4.12）和 0.50mL 溴酸钾溶液（4.14）。

6.5.3 按仪器设定的铁的操作程序进行测量，记录样品极谱峰高值  $A_{0,Fe}$ 。

6.5.4 继续向测量杯中加入 0.10mL 铁离子标准溶液 II，测量并记录极谱峰高值  $A_{1,Fe}$ ；再向测量杯样品中加入 0.10mL 铁离子标准溶液 II，测量并记录极谱峰高值  $A_{2,Fe}$ 。

6.5.5 试剂水按照 6.5.1~6.5.3 进行空白试验，记录空白极谱峰高值  $A_{b,Fe}$ 。

## 7 结果计算

水样中铜离子、铁离子的浓度按式 (1) 计算：

$$X = \frac{A_0 - A_b}{A_2 - A_1} \left( \frac{0.2c}{V_0 + 0.2} - \frac{0.1c}{V_0 + 0.1} \right) \quad (1)$$

式中：

$X$ ——水样中铜离子、铁离子的含量， $\mu\text{g/L}$ ；

$A_0$ ——样品测定的极谱峰高值，nA；

$A_b$ ——空白测定的极谱峰高值，nA；

$A_1$ ——第一次加标准溶液后测定的极谱峰高值，nA；

$A_2$ ——第二次加标准溶液后测定的极谱峰高值，nA；

$V_0$ ——加标准溶液前测量杯内液体（样品、缓冲溶液及电解质）的总体积，mL；

$c$ ——所加标准溶液的浓度， $\mu\text{g/L}$ 。

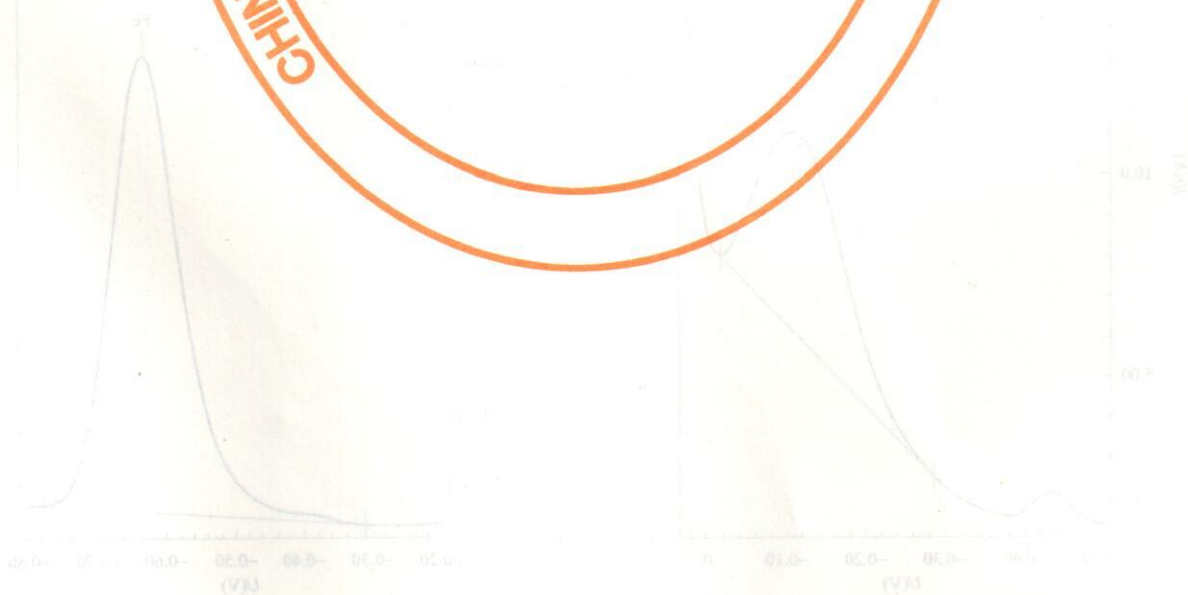
## 8 精密度

铜离子、铁离子测定的相对标准偏差不得大于 10%。

## 9 分析报告

分析报告至少应包括下列各项内容：

- 注明引用本标准。
- 受检水样的完整标识，包括水样名称、采样地点、采样日期、取样人、厂名等。
- 水样中铜离子、铁离子的含量 ( $\mu\text{g/L}$ )。
- 分析人员和分析日期。





## 附录 A

(资料性附录)

## 检测方法参数及参考谱图

铜离子检测方法参数:

工作电极: HMDE

搅拌速度: 2000r/min

模式: DP

氮吹时间: 300s

富集电位: -300mV

富集时间: 90s

平衡时间: 10s

脉冲幅度: 50mV

起始电位: -300mV

终止电位: +100mV

电位步长: 6mV

电位持续时间: 0.2s

扫描速率: 30mV/s

半峰电位: -100mV

铁离子检测参数:

工作电极: HMDE

搅拌速度: 2000r/min

模式: DP

氮吹时间: 300s

富集电位: -100mV

富集时间: 30s

平衡时间: 10s

脉冲幅度: 50mV

起始电位: -200mV

终止电位: -800mV

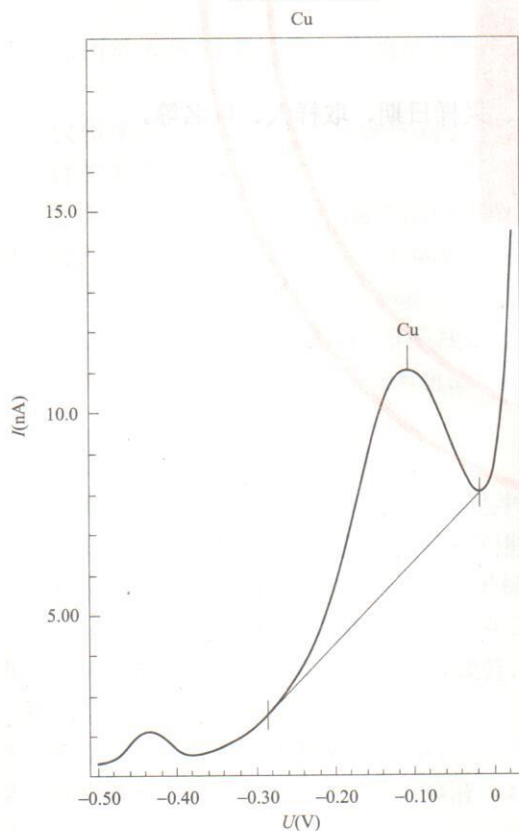
电位步长: 4mV

电位持续时间: 0.1s

扫描速率: 40mV/s

半峰电位: -620mV

水汽中铜离子测定



水汽中铁离子测定

