

火焰原子吸收法测定工业循环冷却水及水垢中铜、铁、锌含量

AAS-136

摘要：本文参考 GB/T 14637-2021《工业循环冷却水及水垢中铜、铁、锌的测定 原子吸收光谱法》标准，建立了工业循环冷却水及水垢中铜、铁、锌检测的方法。结果表明，该方法循环水样品检出限铜、铁、锌分别为 0.007 $\mu\text{g/mL}$ 、0.036 $\mu\text{g/mL}$ 、0.006 $\mu\text{g/mL}$ ，水垢样品检出限铜、铁、锌分别为 3.5 mg/kg、18.0 mg/kg、3.0 mg/kg。加标回收实验中，循环水样品中铜、铁、锌的加标回收率在 101.0%~105.6% 之间，水垢样品中铜、铁、锌的加标回收率在 93.5%~97.1% 之间，回收率良好，适用于工业循环冷却水及水垢的测定。

关键词：火焰原子吸收 工业循环冷却水及水垢 铜 铁 锌

技术特点：

- ❖ 样品前处理简单，干扰小，可快速高效地测定样品。
- ❖ AA-7800 火焰分析稳定性高，检出限低，准确度高，满足标准要求。

工业循环冷却水在使用时不断循环和浓缩，水中的矿物质含量也会不断增加，从而引起设备管道结垢、腐蚀。污垢的存在不但会影响传热效率，还会产生垢下腐蚀。因此，循环水防垢十分重要，防垢能让循环冷却水系统处于良性循环状态，有更好的换热效率和冷却效果，同时减少原材料的消耗，降低生产成本，实现生产的满负荷运行，提高生产产品质量，增加产量，突出经济效益变得十分重要。分析冷却水及水垢

中金属元素的含量对于评价系统的工作状态、采取有效防垢措施具有重要意义。

本文参考 GB/T 14637-2021《工业循环冷却水及水垢中铜、铁、锌的测定 原子吸收光谱法》，使用岛津 AA-7800 原子吸收光谱仪定量分析了工业循环冷却水及水垢中铜、铁、锌的含量，测试结果准确度高，满足标准要求，适用于工业循环冷却水及水垢的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7800 原子吸收光谱仪

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1。

表 1 AA-7800 分析条件

参数	设定值	设定值	设定值
测定元素	Cu	Fe	Zn
分析波长	324.7 nm	248.3 nm	213.9 nm
狭缝宽度	0.7 nm	0.7 nm	0.7 nm
背景校正	氙灯	氙灯	氙灯
火焰类型	空气 - 乙炔	空气 - 乙炔	空气 - 乙炔
燃气流量	1.8 L/min	2.2 L/min	2.0 L/min
助燃气流量	15.0 L/min	15.0 L/min	15.0 L/min

1.3 样品前处理

水样：直接取适量样品测定。

水垢样：准确称取 0.2 g 固体水垢样品于微波消解仪的消解内罐中，缓慢加入 6 mL 盐酸和 2 mL 硝酸，摇晃消解内罐，盖紧罐盖并套入外罐中，将消解罐放入微波消解仪中消解，完成消解后，将罐内溶液转移至 250 mL 玻璃烧杯中，用少量 1% 硝酸清洗消解罐和盖子后一并倒入烧杯，将烧杯置于电热板上赶酸至近 1 mL，转移至 100 mL 容量瓶，用 1% 硝酸定容，待测。测定时根据样品浓度，可对溶液进行适当稀释。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线和检出限

用 1% 硝酸溶液，配制浓度分别为 0、0.5、1.0、1.5、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的系列铜标准溶液，浓度分别为 0、0.5、1.0、1.5、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的系列铁标准溶液，浓度分别为 0、0.2、0.4、0.6、0.8 $\mu\text{g/mL}$ 的系列锌标准溶液，标准曲线如图 1~ 图 3 所示。按照实验方法，对样品空白溶液重复测定 11 次，根据空白吸收值的 3 倍标准偏差除以曲线斜率求得水样品检出限，以称取 0.2 g 水垢样品定容至 100 mL 计算水垢样品方法检出限，检出限结果如表 2。

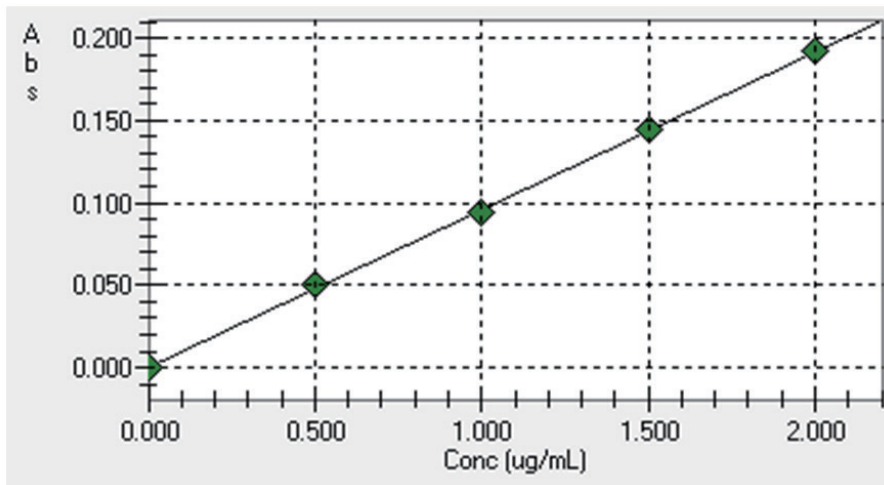


图 1 铜校准曲线 ($\text{Abs}=0.09568\text{Conc}+0.00034$, $r=0.9998$)

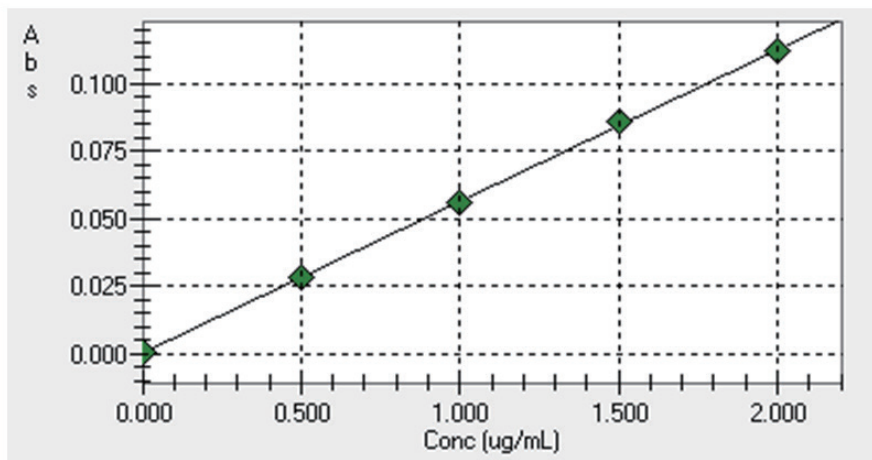


图 2 铁校准曲线 ($\text{Abs}=0.05604\text{Conc}+0.0004$, $r=0.9999$)

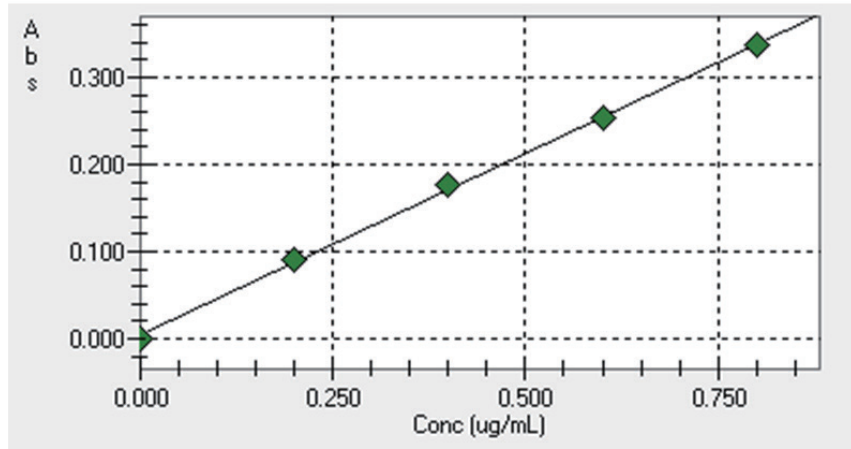


图3 锌校准曲线 (Abs=0.41765Conc+0.00448, r=0.9995)

表2 Cu、Fe、Zn 元素的检出限

元素	冷却水方法检出限 (µg/mL)		水垢方法检出限 (mg/kg)	
	检出限	GB/T14637-2021*	检出限	GB/T14637-2021*
Cu	0.007	0.1	3.5	50
Fe	0.036	0.1	18	100
Zn	0.006	0.1	3.0	50

注：GB/T14637-2021 检出限结果为其规定的方法适用范围下限。

2.2 样品结果与加标回收

检测某工厂工业循环冷却水及水垢，按照 1.3 前处理程序处理后测定，测定结果见表 3。

表3 循环水和水垢中 Cu、Fe、Zn 含量测定结果

项目	元素	测定值 (µg/mL)		稀释倍数	结果 *		RSD(%)	
		S1	S2		S1	S2		
循环水样品	Cu	0.088	0.090	--	0.088	0.090	0.87	
	Fe	N.D.	N.D.	--	N.D.	N.D.	N.D.	
	Zn	0.094	0.093	--	0.094	0.092	1.44	
水垢样品	Cu	1.014	1.010	2.5	1268	1262	1265	0.29
	Fe	0.281	0.285	2.5	352	356	354	0.90
	Zn	0.521	0.525	5	1302	1313	1307	0.58

注：N.D. 代表未检出；* 循环水样品测定结果单位为 mg/L，水垢样品测定结果单位为 mg/kg。

表4 样品加标测试结果

项目	元素	样品测试值 (µg/mL)	加标量 (µg/mL)	加标样测试值 (µg/mL)	回收率 (%)
循环水样品	Cu	0.088	1.0	1.109	102.1
	Fe	N.D.	1.0	1.056	105.6
	Zn	0.092	0.2	0.294	101.0

水垢样品	Cu	1.011	1.0	1.977	96.6
	Fe	0.286	1.0	1.257	97.1
	Zn	0.535	0.2	0.722	93.5

注：N.D. 代表未检出

结果表明，所测循环水中铜为 0.089 mg/L、铁为未检出、锌为 0.093 mg/L，水垢中铜为 1265 mg/kg、铁为 354 mg/kg、锌为 1307 mg/kg。加标回收结果见表 4，循环水样品中铜、铁、锌加标回收率在 101.0%~105.6% 之间，水垢样品中铜、铁、锌加标回收率在 93.5%~97.1%，回收率良好。

2.3 样品重复性测试

取适量样品溶液，稀释到合适浓度，考察目标物重复性，结果表明水样品加标中铜 RSD% 为 2.27，铁 RSD% 为 2.67，锌 RSD% 为 1.41。水垢样品加标中铜 RSD% 为 0.81，铁 RSD% 为 0.83，锌 RSD% 为 1.59，重复性良好，结果见表 5。

表 5 样品加标重复性结果

项目	元素	样品 (µg/mL)						RSD(%)
		测定值 1	测定值 2	测定值 3	测定值 4	测定值 5	测定值 6	
循环水样品	Cu	1.163	1.161	1.116	1.102	1.113	1.127	2.27
	Fe	1.072	1.059	1.022	1.047	1.091	1.020	2.67
	Zn	0.297	0.288	0.291	0.291	0.299	0.290	1.41
水垢样品	Cu	1.948	1.961	1.940	1.948	1.976	1.978	0.81
	Fe	1.273	1.284	1.257	1.257	1.266	1.273	0.83
	Zn	0.725	0.719	0.701	0.709	0.696	0.702	1.59

■ 结论

本文使用岛津 AA-7800 型原子吸收光谱仪测定了工业循环冷却水及水垢中铜、铁、锌含量。该方法简单快捷，准确性好，适用于工业循环冷却水及水垢中铜、铁、锌的分析测定。

岛津应用云

