



中华人民共和国国家标准

GB/T 13922.4—92

水处理设备性能试验 除 氧 器

Performance test for boiler feed water
treatment equipment
Deaerator

1992-12-07 发布

1993-10-01 实施

国家技术监督局 发布

目 次

1	主题内容与适用范围	(1)
2	引用标准	(1)
3	符号、术语及定义	(2)
4	导则	(4)
5	热力和流体性能的测定	(5)
6	溶氧量测定——滴定法	(8)
7	溶氧量测定——靛蓝二磺酸钠葡萄糖比色法.....	(17)
8	试验报告.....	(18)

中华人民共和国国家标准

水处理设备性能试验 除 氧 器

GB/T 13922.4—92

Performance test for boiler feed water
treatment equipment
Deaerator

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锅炉给水除氧器的性能试验方法。

本标准适用于钢制压力式除氧器、大气式除氧器和真空式除氧器的热力和流体性能及除氧水中残余溶解氧含量(以下简称溶氧量)的测定。

2 引用标准

- GB 1226 一般压力表
- GB 1227 精密压力表
- GB 1598 铂铑 13-铂热电偶丝及分度表
- GB 2614 镍铬-镍硅热电偶丝及分度表
- GB 2624 流量测量节流装置
- GB 2902 铂铑 30-铂铑 6 热电偶丝及分度表
- GB 2903 铜-康铜热电偶丝及分度表
- GB 3772 铂铑 10-铂热电偶丝及分度表
- GB 3927 直流电位差计
- GB 3930 测量电阻用直流电桥
- GB/T 13922.1 水处理设备性能试验 总则
- JB 470 膜盒压力表
- JB 913 工业热电偶技术条件
- JB 1033 波纹管压力表
- JB 1064 实验室用玻璃温度计型式、基本参数及尺寸
- JB 1066 实验室玻璃温度计技术条件
- JB 1608 电接点压力表

3 符号、术语及定义

表 1 热力和流体性能测定所用符号及定义

符 号	名 称 及 定 义	单 位
q	热负荷,即单位时间内蒸汽传给水的热量	kW
W_a	加热蒸汽流量即(除氧器)进口蒸汽流量,包括排汽量和损失在内	kg/s 或 kg/h
P_a	(除氧器)进口蒸汽压力	Pa
t_a	(除氧器)进口蒸汽温度	℃
H_a	(除氧器)进口蒸汽焓	kJ/kg
P_o	除氧器内蒸汽压力	Pa
t_{bh}	(除氧器内)饱和蒸汽温度	℃
W'_1	(除氧器)进口给水流量(包括补给水)	kg/s 或 kg/h
P_1	(除氧器)进口给水压力(包括补给水)	Pa
t_1	(除氧器)进口给水温度(包括补给水)	℃
H_1	(除氧器)进口给水焓(包括补给水)	kJ/kg
W_1	(除氧器)出口水净流量,不包括锅炉给水泵再循环流量	kg/s 或 kg/h
W	(除氧器)出口水总流量	kg/s
P''_1	(除氧器)出口水压力	Pa
t''_1	(除氧器)出口水温度	℃
H''_1	(除氧器)出口水焓	kJ/kg
H_s	(除氧器内)水的焓增,即 $H''_1 - H'_1$	kJ/kg
W_{w_1}	(进入除氧器的)各路疏水流量	kg/s
W_{w_2}		
.....		
W_{w_n}		
t_{w_1}	(进入除氧器的)各路疏水温度	℃
t_{w_2}		
.....		
t_{w_n}		
H_{w_1}	(进入除氧器的)各路疏水焓	kJ/kg
H_{w_2}		
.....		
H_{w_n}		
Δt	终温差,即除氧器内饱和蒸汽温度与除氧器出口水温度之差	℃
P_0	当地大气压	Pa
W_y	余汽量,即除氧头排汽口排出的蒸汽	kg/s 或 kg/h

续表 1

符 号	名 称 及 定 义	单 位
H_r	余汽焓	kJ/kg
η	散热系数	

表 2 溶氧量测定用符号及定义

符 号	名 称 及 定 义	单 位
O_t	被测水试样中总溶氧量当量	mg/L
O_s	实际净溶氧量, 不包括各种干涉物的溶氧当量及试剂带入试样的溶氧量	mg/L
O_d	干涉物溶氧当量	mg/L
O_r	试剂携带的溶解氧	mg/L
O_∞	加入试样的游离碘的溶氧当量	mg/L
T_{st}	用硫代硫酸钠溶液(滴定试剂)体积表示的、某一温度下的淀粉灵敏度	mL
ΔT_{st}	当两个试样在不同温度下滴定时的淀粉灵敏度之差	mL
T_{st_1}	总氧当量试样滴定温度下的淀粉灵敏度	mL
T_{st_2}	干涉物试样滴定温度下的淀粉灵敏度	mL
T_{th}	重碘酸钾溶液体积(淀粉灵敏度测定)	mL
T_{th}	硫代硫酸钠溶液体积(淀粉灵敏度测定)	mL
M_{th}	重碘酸钾溶液摩尔浓度	mol/L
M_{th}	硫代硫酸钠溶液摩尔浓度	mol/L
T_s	滴定总氧量试样所耗用的硫代硫酸钠溶液的体积	mL
T_d	滴定干涉物试样所耗用的硫代硫酸钠溶液的体积	mL
V_s	滴定所用的试样实际体积	mL
m	有效滴定试验次数	
k	一组滴定试验结果的参考偏差	mg/L
M	一组滴定试验结果的中值	mg/L

3.1 定常参数

试验时, 在一小时内或相当于十次更换水箱贮水(在试验出力下)所需时间内应保持稳定的参数称为定常参数。由试验各方事先选定某些参数作为定常参数。但下列参数在试验中的稳定时间不得少于 30 min:

- 进口给水流量;
- 加热蒸汽流量;
- 除氧器内蒸汽压力;
- 进口给水温度;
- 进口蒸汽温度。

4 导则

4.1 本标准规定的试验和测量方法用以确定下列几项或一项除氧器的性能保证项目：

- a. 终温差；
- b. 进汽压降，即 $P_a - P_s$ ；
- c. 进水压降，即 $P_s - P_c$ ；
- d. 余汽量，即除氧器排气口所排出的蒸汽量；
- e. 热负荷；
- f. 溶氧量。

4.2 试验大纲

4.2.1 试验前应由试验负责人编写试验大纲，试验大纲按 GB/T 13922.1 的要求编写。试验大纲应取得试验各方的认可。

4.3 应事先就试验期间的除氧器及与之相关的其他设备的运行方式和所有参数包括定常参数的建立达成协议，允许代用的运行仪表及其标定、检验方法也应事先达成书面协议。

4.4 试验前，试验各方代表应对除氧器和所有与之相关的其他设备进行检验，以确认设备运行是否达到试验状态。

4.5 应进行预备性试验，以便：

- a. 检验全部仪表；
- b. 培训试验人员；
- c. 作必要的调整；
- d. 检验试验程序；
- e. 建立定常参数。

如预备性试验完全符合本标准要求，经各方同意，其试验数据可作正式试验数据的一部分。

4.6 试验应力求在事先规定的参数下（见 4.3 条）进行。运行参数的允许偏差应由试验各方事先达成协议。

4.7 溶解氧试样的取样点应尽量靠近除氧器水箱的出口。试验中，取样点之前的脱氧剂必须终止进给。

4.8 试验开始和结束时水箱水位应一致。

4.9 试验期间不得调节排气量。

4.10 至少进行两次试验。每次试验至少进行 4 次溶氧量测定。每次试验应持续足够长的时间以确保获得准确和一致的结果。

4.11 给水温度、给水流量以及蒸汽压力每 2.5 min 记录一次，其他每 10 min 读数一次。溶氧量测定的取样间隔时间不超过 10 min。

4.12 如发现测到的数据有严重偏差或不一致，该次试验应作废。

4.13 在补给水和回流至除氧器的各种水中不得含有游离态气体（即未溶解的气体）。如果有必要进行检验，可按图 1 所示方法检验。

- a. 试样应取自管路高点处和管子顶部；
- b. 开始检验前，容器、捕气器和取样管路中均应注满水。

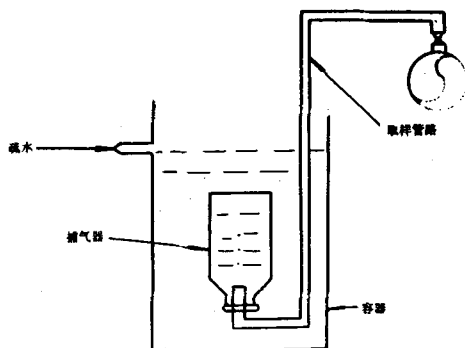


图1 游离空气检测方法

4.14 在本标准中未详尽的有关事项应由试验各方事先达成协议,但不得与本标准有抵触。

5 热力和流体性能的测定

5.1 试验前所有主要测量仪表(器)须按计量检定规程的要求进行校验和标定。主要参量的监测仪表(器)应具备法定计量部门出具的校验合格证(或校验印记)。

5.2 经协商或经试验负责人决定,验收试验中主要参量的测量仪表(器)可在试验后进行复验,如发现异常则应舍弃所测数据。

5.3 主要测量项目见表3。

表3 主要测量项目

项 目		符号	测量方法	备 注
压力 Pa	大气压	P_a	见 5.5.1 条	当压力表指示为表压时,用实测的当地大气压 P_a 将各表压换算成绝对压力。 进口给水包括补给水
	进口给水压力	P_i	见 5.5.2 条	
	进口蒸汽压力	P_s		
	除氧器内蒸汽压力	P_o		

续表 3

项 目		符 号	测 量 方 法	备 注
温 度 ℃	进口给水温度	t'_i	见 5.6.1 条至 5.6.5 条	t_{bh} 也可根据 P_s 从蒸汽性质表中查得。 进口给水包括补给水
	进口蒸汽温度	t_q		
	饱和蒸汽温度	t_{bs}		
	出口水温度	t_e''		
	各种疏水温度	t_{w_1} t_{w_2} ... t_{w_n}	一般不测量,由机组热平衡求得,必要的话,按 5.6 条测量	
流 量 kg/s	进口给水流量	W'_i	见 5.7 条	进口给水包括补给水
	进口蒸汽流量	W_q		
	出口水净流量	W_e''		
	出口水总流量	W_e		
	各种疏水流量	W_{w_1} W_{w_2} ... W_{w_n}	一般由机组热平衡求得,必要时实测	
焓 kJ/kg	进口给水焓	H'_i	查蒸汽性质图表	进口给水包括补给水
	进口蒸汽焓	H_q		
	出口水焓	H_e''		
	各种疏水焓	H_{w_1} H_{w_2} ... H_{w_n}	一般由机组平衡求得,必要时实测温度(饱和),由蒸汽性质图表求出	

5.4 常用测量仪表(器)及其要求见表 4。

表 4 主要测量仪表

名 称	测量对象	测量范围	精度要求	技术标准
水银压力计	大气压、真空或微压	0~0.25MPa 或 ±0.10 MPa	分辨率 0.25 mm	
精密气压计			±20 Pa	
弹簧管压力表	蒸汽压力、水压力	0~4.0 MPa 或 ±0.10 MPa	0.4 级~1.0 级	GB 1226, GB 1227
单管或双管 水银压差计	微压、负压(真空)	±0.1 MPa	分辨率 0.25 mm	

续表 4

名 称	测量对象	测量范围	精度要求	技术标准
压力或压差变送器	微压、负压(真空)	$\pm 0.1 \text{ MPa}$	$\pm (0.2\% \sim 0.5\%)$ 的测量压力	JB 1033, JB 1608, JB 47C
实验室用玻璃 水银温度计	0~100℃的水 或蒸汽	0~100℃	$\pm 0.5^\circ\text{C}$	JB 1064, JB 1066
热电偶或热 电阻温度计	蒸汽、水	0~400℃	$\pm 1^\circ\text{C}$ 或 $0.25\% \sim 1.5\%$ 的测量温度	GB 1598, GB 2614, GB 2902, GB 2903, GB 3772, JB 913
电位计	蒸汽、水	0~400℃	$0.03\% \sim 0.5\%$	GB 3927
电桥	蒸汽、水	0~400℃	0.05%	GB 3930
孔板或喷嘴 包括压差计	蒸汽、水		$0.35\% \sim 0.6\%$	GB 2624
称重箱	余汽(冷凝后)量		$\pm 1.0\%$	
容积箱	余汽(冷凝后)量		$\pm 1.0\%$	

5.5 压力测量

5.5.1 采用水银玻璃气压计测量大气压。对特殊条件下的试验(如恶劣气候下的船舶试验),应采用无液气压表测量大气压,但在试验前后应用水银玻璃气压计以对比法标定无液气压表。

5.5.2 蒸汽压力及进口给水压力的测量

5.5.2.1 当绝对压力低于或等于 0.25 MPa 时(包括低于大气压),用水银压力计测量。如在特殊条件下(见 5.5.1 条),应采用优质弹性式压力表。

5.5.2.2 当绝对压力高于 0.25 MPa 时,用标准弹簧管压力表或静重压力计测量。

5.5.2.3 水银压力计必须是高级无铅玻璃制品。整个工作高度区间内,玻璃管的内径均匀一致,且不小于 12 mm 。测量时应垂直放置。

5.5.2.4 也可以采用精度等级符合表 4 要求的其他压力表、压力变送器及与之相应的二次表作为蒸汽压力及进口给水压力的测量仪表(器)。

5.5.2.5 进口蒸汽压力应在靠近进口的进气管上(进汽阀与除氧器之间)设测点。除氧器内蒸汽压力的测点应在除氧头筒体上。

5.5.3 传压管

5.5.3.1 从测压孔至测量仪表或一次感受元件之间的连接管(传压管)内径应大于 8 mm 。

5.5.3.2 为避免传压管中存在汽、水两相介质,在敷设传压管时必须注意能够保证管中完全充满水,或能将水彻底排尽。一般应采用仪表位置低于测压孔的安装方式,从表计至测点连续向上倾斜,而使传压管中确能充满水。必要时可在靠近测点的同一水平位置或稍高位置设一个特制的凝结装置。在传压管容易聚集气体的部位应装设排气(汽)装置。

5.5.3.3 当测量低于大气压的压力时,压力计安装位置应高于测压孔,从表计到测点连续向下倾斜,并在传压管上靠近压力计处设有吹气装置。

- 5.5.3.4 在靠近仪表尤其是水银压力计接口处,传压管必须具有水封结构,以防高温汽、水的冲击。
 5.5.3.5 在传压管靠近测压孔处,应装设截止阀;当压力较高时,在靠近仪表接口处应再设一个截止阀。

5.5.4 测压孔

测压孔的开孔位置应避免有局部阻力件(如阀门、弯头等)和涡流的部位。孔的中心轴线应与介质流动方向或壁面相垂直,孔的边缘不应有毛刺和倒角。

5.6 温度测量

5.6.1 对低于 100℃ 的进口给水温度和真空式除氧器内的饱和蒸汽温度,用水银玻璃温度计测量,但必须是有 0.1℃ 分刻度的高精度水银玻璃温度计。对高于 100℃ 的蒸汽(或水)温度或不宜采用水银玻璃温度计的场合,应采用高精度的热电偶或热电阻温度计。

5.6.2 温度测点应选择在介质充分流动的区段,避开可能存在的滞流区域。

5.6.3 为了准确确定介质焓值,温度测点应尽量靠近相应的压力测点。

5.6.4 当有两路或两路以上介质在进入除氧器之前相汇合,应在汇合点下游足够远处测量其温度。如不能保证介质在汇合点下游充分混合,应在汇合点上游分别测量各路介质的温度,计算时分别计算各路介质的焓。

5.6.5 当某根管道的介质在进入除氧器前分两路或两路以上的管路输送,应分别测量各路介质的温度,取它们的温度算术平均值或加权平均值作为平均工作温度。对双除氧头的除氧器应分别测定每根管路的介质温度并分别计算焓值。

5.6.6 测量疏水温度的测点应选择在介质进入疏水阀之前的一段管子上。

5.7 流量测量

5.7.1 如无特殊要求,应采用标准节流孔板或喷嘴测定除氧器进口给水、出口水流量,进入除氧器的各种疏水流量可通过机组热平衡计算来确定,如有可能,可采用上述同一方法进行测量。余汽(排汽)量可用冷凝法测量。

5.8 热力及流体性能测量结果计算

5.8.1 测量结果计算所用的汽、水性质图表与提出保证值(除氧器热力计算或热平衡计算)所依据的汽水性质图表一致。

5.8.2 压力式和大气式除氧器的测量结果计算如下。

5.8.2.1 加热负荷

$$q = (W_g + W_{m_1} + W_{m_2} + \dots + W_{m_n})H_g'' - (W_g' \cdot H_g' + W_{m_1} \cdot H_{m_1} + W_{m_2} \cdot H_{m_2} + \dots + W_{m_n} \cdot H_{m_n}) \quad (1)$$

5.8.2.2 所耗的加热蒸汽量

$$W_s = \frac{1}{\eta(H_s - H_g'')} [W_g'(H_g'' - H_g') + W_{m_1}(H_g'' - H_{m_1}) + \dots + W_{m_n}(H_g'' - H_{m_n})] \quad (2)$$

5.8.2.3 终温差

$$\Delta t = t_{\text{出}} - t_g'' \quad (3)$$

6 溶氧量测定——滴定法

6.1 概述

在按特定程序制备的被测水试样中,溶解氧可以把二价锰(Mn^{2+})氧化成三价和四价锰(Mn^{3+} 和 Mn^{4+}),三价和四价锰又将碘离子(I^-)氧化成游离碘(I_2)。再用硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)作为试剂滴定游离碘(以游离碘反应至终点),根据硫代硫酸钠的消耗量可推算出被测水中的溶氧量。这种测定水中溶氧量的方法称为滴定法。

由于水中存在各种氧化性和还原性干涉物,使测定结果产生正和负的偏差。为排除干涉物的影响,必须测定干涉物所相当的溶氧量(一定量的氧化性干涉物在反应中所相当的溶解氧),并加足够量的游离碘与还原性干涉物反应。因此本标准提出的滴定法规定采用总氧量试样和干涉物试样两个试样,分别测定试样的总氧量和干涉物相当的溶氧量,从总氧量中减去干涉物相当的溶氧量、所加游离碘所相当的溶氧量和已知的由试剂携带的溶解氧,最后确定被测水中的实际溶氧量。其关系式如下:

$$O_t = O_s + O_g + O_x + O_n \dots\dots\dots (4)$$

式中: O_t ——总氧量,mg/L;

O_s ——实际溶氧量,mg/L;

O_g ——干涉物相当的溶氧量,mg/L;

O_x ——试剂携带的溶氧量,mg/L;

O_n ——所加游离碘所相当的溶氧量,mg/L。

式(4)可改写成:

$$\begin{aligned} O_s &= O_t - (O_g + O_n) - O_x \\ &= O_t - O_p - O_x \dots\dots\dots (5) \end{aligned}$$

式中: O_p ——干涉物试样中的全部溶氧相当量,mg/L; $O_p = O_g + O_n$ 。

6.2 滴定法按滴定终点的指示方式分为两种:

- a. 电势滴定;以电信号指示滴定终点;
- b. 淀粉滴定;以淀粉指示剂指示滴定终点。

6.3 试验前应根据被测水样的溶氧量范围、干涉物状态和准确度、精确度要求按表5规定选择滴定方案。

表 5

溶氧量范围 mg/L	干涉物状态	方 案	准确度和精确度
0.000~0.014	具有不变或可干涉物	a. 电势滴定; b. 对应每个总氧量试样须有一个干涉物试样	准确度、精确度均最高
0.000~0.014	具有不变或可干涉物	a. 淀粉滴定; b. 对应每个总氧量试样须有一个干涉物试样	准确度最高,精确度较低

续表 5

溶氧量范围 mg/L	干涉物状态	方 案	准确度和精密度
0.014~0.050	基本不变的干涉物	a. 电势滴定; b. 只用每次试验开始和结束时两个干涉物试样滴定结果的平均值	准确度较低,精密度最高
0.014~0.075	基本不变的干涉物	a. 淀粉滴定; b. 只用每次试验开始和结束时两个干涉物试样滴定结果的平均值	准确度和精密度均较低

6.4 滴定所用的主要器皿、仪器及装置见表 6。

表 6 滴定用主要器皿、仪器及装置

名 称	数量	要 求	用 途
取样瓶	2	名义容积 500 mL, 两端有严密磨口旋塞和细颈的无色玻璃瓶, 两端刻有字母“A”和“B”, 见图 2 所示, 两瓶实际容积之差小于 10 mL	采集和制备试样
储存量管	3	名义容积 250 mL, 一端有旋塞, 塞旋孔径小于 2 mm, 缩口端顶部直径小于 3 mm, 透明玻璃制成	添加试剂用
微量滴管	2	名义容积 1 mL, 分度 0.01 mL, 如图 3 所示	添加滴定试剂用
微量吸管	2	名义容积 1 mL, 分度为 0.01 mL, 可代替微量滴管。透明玻璃制成, 如图 4 所示	添加滴定试剂用
淀粉溶液容器	1	容积大于 40 mL, 并附 1 个 1 mL 容积的球吸管。透明玻璃制成	滴定前添加淀粉溶液用
量杯	1	实验室用透明玻璃量杯, 容积 25 mL, 分度 1 mL	测定废弃试样量
烧杯或白瓷勺皿	1	浅口, 容积大于 500 mL, 透明玻璃或白瓷制成	滴定时盛试样用
搅拌器	1	带玻璃刮板(叶片)的电动搅拌器; 也可用水银玻璃温度计	滴定时搅拌试样
甘汞电极	1	功率和结构应符合滴定要求	电势滴定时测量电位或电流
铂电极	1		
电位计或微安计	1	a. 微安计: 输入电阻不低于 50 $\mu\Omega$, 表盘指示的灵敏度为 150 mV, 量程为 0~1 400 mV; b. 电位计: 误差为 ± 0.003 V, 量程为 1.0 V, 灵敏度不低于 0.125 $\mu\text{A}/\text{mm}$ (分度); c. 与电极相连的导线必须屏蔽、接地	电势滴定时, 测量电流或电位

续表 6

名 称	数量	要 求	用 途
冷却器	1	盘管为不锈钢或镍合金管,不得用铜管。出口设有冷却水阀和试样流量控制阀,试样控制阀下游侧设有三通接头,如图 6 所示	冷却试样
软管		软胶管,不得用塑料管。新软管须在稀释的氢氧化钠沸腾溶液中煮 30 min	连接取样瓶和冷却器
活嘴夹		可调节	平衡两个取样瓶的试样流量
滴定台架			支承电极或搅拌器

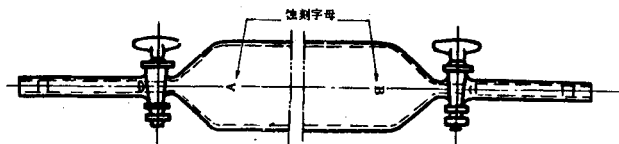


图 2 取样瓶示意

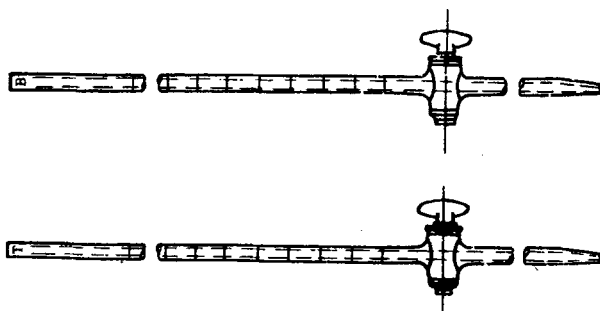


图 3 微量滴管示意

T—硫代硫酸钠溶液;B—重碘酸钾溶液



图4 微量吸管示意
B—重碘酸钾溶液;T—硫代硫酸钠溶液

6.5 试剂及其制备

6.5.1 制备试剂所用化学剂均应达到有关标准规定的试剂级要求,所用的水应是蒸馏水。

6.5.2 试剂及其制备方法见表7。

表7 试剂及其制备方法

名 称	化学剂配方	制备要求
碱性碘化钾溶液	KOH:700 g, KI:150 g	溶于 900 mL 蒸馏水, 稀释至 1 L, 用深色瓶存放
碘溶液 (0.1 mol/L)	升华碘: 6.34 g, KI: 75 g	溶于 60 mL 蒸馏水, 稀释至 500 mL, 用深色瓶存放
含碘的碘化物溶液	碘溶液 (0.1 mol/L): 10 mL 碱性碘化钾溶液: 250 mL	相混和, 必要时通过试验确定采用多少碘溶液 (0.1 mol/L)
硫酸锰溶液	$\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$: 80 g	溶于 200 mL 蒸馏水, 充分搅动, 逐步加入蒸馏水并摇动, 直至完全溶解, 稀释至 1 L
硫酸溶液	比重为 1.84 的硫酸溶液: 750 mL	将硫酸溶液缓慢倒入 250 mL 蒸馏水, 冷却, 稀释至 1 L
硫代硫酸钠溶液 (0.05 mol/L)	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 12.42 g	溶于蒸馏水, 稀释至 1 L, 加 5 mL 三氯甲烷或 5 mL 甲酸钠溶液 (浓度为 1 g/L)
硫代硫酸钠溶液 (0.005 mol/L)	0.05 mol/L 的硫代硫酸钠溶液: 250 mL	加蒸馏水稀释至 250 mL。在滴定前 15 h 之内制备
硫代硫酸钠溶液 (0.001 mol/L)	(0.005 mol/L) 的硫代硫酸钠溶液: 50.00 mL	加蒸馏水稀释至 250 mL。在使用前 15 h 之内制备
重碘酸钾溶液 (0.2 mol/L)	$\text{KH}(\text{IO}_3)_2$: 6.498 g	溶于蒸馏水, 稀释至 1 L

续表 7

名 称	化学剂配方	制备要求
重磷酸钾溶液 (0.005 mol/L)	0.2 mol/L 重磷酸钠溶液; 25.00 mL	加蒸馏水, 稀释至 1 L
淀粉指示剂	木薯淀粉; 1 g	溶于 10 mL 蒸馏水, 再入 90 mL 的沸 腾蒸馏水, 搅动、冷却, 去掉表层清液, 加 1 mL 三氯甲烷

6.6 滴定试样的采集及制备

6.6.1 将冷却器与从除氧器引出的取样管及冷却水源接通, 开启冷却器的冷却水阀和试样出口的调节阀, 用除氧水(试样)冲洗冷却盘管及取样管路(包括试样出口的软管), 至少 30 min 以上。

6.6.2 清洗所有的玻璃器皿, 并充分润滑取样瓶的旋塞阀。如器皿有脏污, 可用铬酸溶液清洗。

6.6.3 按图 5 所示安装好全部装置, 取样瓶应处于如图 5 所示的垂直位置。第一次取样前, 从取样瓶上端以 500 mL/min 的流量连续排放试样 0.5 h 以上, 直至可见气泡全部除去。

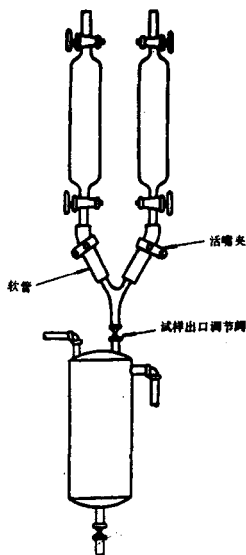


图 5 取样装置的总体布置示意

6.6.4 调节冷却水和试样出口调节阀及软管上的活嘴夹, 使每个取样瓶中的试样流量维持在 500~700 mL/min, 试样温度比室温低 5℃, 最高不超过 21℃。

6.6.5 如用软管接在取样瓶出口排放试样, 软管出口高度应适当, 防止产生虹吸效应。

6.6.6 每次取样时间持续 2~3 min。

6.6.7 迅速关闭试样出口调节阀和取样瓶的旋塞阀。检查瓶中是否有气泡。

6.6.8 先制备总氧量试样。取下一个取样瓶,抖掉两端延伸管内的水。摇动方向应与旋塞阀的轴线相垂直。

6.6.9 向A端的延伸管加入含碘的碱性碘化物溶液,使试剂液面与上刻度线对齐。开启上旋塞阀(A端),再缓慢打开下旋塞阀(B端),直至试剂液面与下刻度线对齐。然后迅速关闭下旋塞阀,再关上旋塞阀。操作要十分仔细、准确。

6.6.10 此时引入取样瓶的试剂量为A端延伸管上下两刻度线间的容积。

6.6.11 抖掉取样瓶A端延伸管的剩余液体并用来自冷却器的除氧水以射流冲洗干净。再把A端延伸管内剩余液体抖去。

6.6.12 与6.6.9~6.6.11条所述的方法相同,从B端延伸管向取样瓶加入硫酸锰溶液。将取样瓶摇动30s以上,过2~3min后再次摇动使之反应充分。

6.6.13 立即按6.6.9~6.6.11条所述的方法,尽快从B端向取样瓶加入硫酸溶液。至此,总氧量试样制备完毕。

6.6.14 按6.6.8~6.6.11条所述的方法,从另一个取样瓶的A端向该瓶加入含碘的碱性碘化物溶液。

6.6.15 按6.6.9~6.6.11条所述方法,从该瓶的B端向瓶内加入硫酸溶液。

6.6.16 再按同样的方法从B端向瓶内加入硫酸锰溶液。至此干涉试样制备完毕。

6.6.17 检查试样。在制备过程中或完毕以后,发现瓶内有可见气泡或在旋塞阀处出现逸出碘(呈现褐色)及含碘碱性碘化物溶液的加入量不能准确确定,试样均应作废。

6.7 电势滴定

6.7.1 先用蒸馏水冲洗电极、搅拌器和烧杯,并校验电位计或微安计。再将电极、搅拌器置于烧杯中,将电极与电位计接好。

6.7.2 从总氧量试样瓶A端排去10mL试样,其余试样由B端排入滴定烧杯。迅速搅拌,但不可有气窝和飞溅现象。

6.7.3 向烧杯中试样加入2mL淀粉溶液,应呈明显蓝色。读取电位计此时的读数并作记录。如无蓝色,表明含碘碱性碘化物溶液中游离碘不足,应重新制备,见表7。

6.7.4 滴定过程中,应随时监测记录试样温度,试样温度应低于21℃。

6.7.5 用微量滴管或机械控制微量滴管,以0.01mL的递增量向试样缓慢地添加0.005mol/L的硫代硫酸钠溶液。滴定前须用硫代硫酸钠溶液对上述滴管加以冲洗。

6.7.6 每加0.01mL滴定溶液后,将滴管的端部浸入试样,约1min后读数;然后,10s或15s后再读数,至读数基本稳定后记录读数和所加溶液量。

6.7.7 重复上述程序,直至达到滴定终点,并记录读数和所加溶液量。

6.7.8 当某一次加入0.01mL硫代硫酸钠溶液后,电位读数变化最大时,即确定为滴定终点。至此总氧量试样滴定完毕。排去烧杯中试样,用蒸馏水冲洗烧杯、电极和搅拌器。

6.7.9 将干涉试样从瓶A端排掉一部分,并尽量使干涉试样和总氧当量试样的滴定所用量相同。按上述的6.7.2~6.7.8条要求进行滴定。

6.7.10 当硫代硫酸钠溶液需要量较大时,可用0.01mol/L的硫代硫酸钠溶液代替0.005mol/L的硫代硫酸钠溶液。

6.7.11 当滴定终点难以精确确定时,可按下列条款用0.005mol/L的重碘酸钾溶液代替0.005mol/L硫代硫酸钠溶液进行反滴定。

6.7.11.1 当用硫代硫酸钠溶液滴定接近终点时,向试样添加0.5mL硫代硫酸钠溶液(0.005mol/L),并记录所用硫代硫酸钠溶液总量。

6.7.11.2 用0.005mol/L的重碘酸钾溶液进行电势滴定,其方法与前述的电势滴定方法完全相同。

6.7.11.3 所用的硫代硫酸钠溶液总量减去由所用重碘酸钾溶液量折算成的硫代硫酸钠溶液量,即达

到滴定终点所需的硫代硫酸钠溶液量。

6.8 淀粉滴定

6.8.1 滴定前,用蒸馏水冲洗白瓷勺皿(或烧杯)、温度计(亦可作搅拌用)。

6.8.2 按 6.7.2~6.7.5 条的方法进行总氧量试样滴定(但不测量电势)直至终点,记录所用的硫代硫酸钠溶液量。

6.8.3 每加 0.01 mL 硫代硫酸钠溶液后,即搅拌试样,直至颜色发生变化。当最后一点蓝色消失时即为滴定终点。

6.8.4 为准确识别滴定终点,在滴定勺皿旁边放一个与之颜色相同、盛有无色试样的勺皿,以作比较。

6.8.5 将干涉试样从瓶的 A 端排去一部分,并使剩下的部分与总氧当量试样滴定所用试样体积相同。

6.8.6 与 6.8.2~6.8.4 条所述相同,滴定至终点。

6.8.7 由于滴定结果的精确性受淀粉灵敏度影响,而淀粉灵敏度随温度而变化。因此当两种试样的滴定温度之差大于 1℃ 时,必须修正以补偿淀粉灵敏度带来的误差。当两种试样的滴定温度之差不大于 1℃,可不作修正。

6.8.8 淀粉灵敏度的测定

在 500 mL 蒸馏水中加 2 mL 碱性碘化钾溶液(不含游离碘),2~3 min 后,加入 2 mL 硫酸溶液;经 2~3 min,加 2 mL 硫酸锰溶液;再经 2~3 min,加入 2 mL 淀粉溶液。此时不应呈蓝色。

再精确地加入 2.00 mL 重碘酸钾溶液,应呈蓝色,否则应予报废。

用硫代硫酸钠溶液滴定至终点,其方法与前述的总氧量试样或干涉试样的淀粉滴定方法相同。

淀粉灵敏度的定义为:溶液中的实际碘量与淀粉溶液所显示碘量之差。按上述测定方法,淀粉灵敏度可用重碘酸钾溶液折算成的硫代硫酸钠溶液体积与滴定所用的硫代硫酸钠溶液体积之差 T_{st} 表示:

$$T_{st} = \frac{N_{bi} \cdot T_{bi} - N_{thi} \cdot T_{thi}}{N_{thi}} \dots\dots\dots (6)$$

式中: T_{bi} ——滴定中所用的重碘酸钾溶液体积, mL;

T_{thi} ——滴定所用的硫代硫酸钠溶液体积, mL;

N_{bi} ——重碘酸钾溶液的摩尔浓度, mol/L;

N_{thi} ——硫代硫酸钠溶液的摩尔浓度,应与试样滴定所用硫代硫酸钠溶液摩尔浓度相同。反之,则按后者修正 T_{thi} , mol/L。

如同一种淀粉需多次使用,可绘制出 $T_{st}-t$ (温度) 图线。

6.9 滴定结果的数据整理及分析

6.9.1 若出现下列情况之一,滴定结果应予作废:

- 已知在试样采集和制备中操作有误;
- 已知滴定操作有误;
- 电势滴定的终止出现在刚开始滴定。

6.9.2 被测水样中的实际净溶氧量 O_2 的计算:

a. 电势滴定:

$$O_2 = \frac{8\,000\,N_{thi}(T_1 - T_2)}{V_s} - 0.010 \text{ mg/L} \dots\dots\dots (7)$$

b. 淀粉滴定:

$$O_s = \frac{8\,000\,N_{\text{th}}(T_s - (T_a + \Delta T_{\text{st}}))}{V_s} - 0.010 \text{ mg/L} \quad (8)$$

式中: N_{th} ——滴定所用硫代硫酸钠溶液的当量浓度, mol/L;

T_s ——滴定总氧量试样所耗用的硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

T_a ——滴定干涉物试样所耗用的硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

V_s ——滴定所用总氧量试样体积, 为取样瓶的净容积减去滴定前排去的试样体积(见 6.7.2 条), 与滴定所用的干涉物试样体积应相等, mL。

ΔT_{st} ——由滴定温度之差引起的滴定总氧量试样和干涉物试样时的淀粉灵敏度之差, $\Delta T_{\text{st}} = T_{\text{st}_1} - T_{\text{st}_2}$, mL;

T_{st_1} ——用硫代硫酸钠溶液体积表示的、在总氧量试样滴定温度下的淀粉灵敏度, mL, 按公式(6)计算;

T_{st_2} ——用硫代硫酸钠溶液体积表示的、在干涉物试样滴定温度下的淀粉灵敏度, mL, 按公式(6)计算。

6.9.3 有效滴定试验次数的确定

本标准 4.10 条规定, 每次除氧器性能试验的最低溶氧量测定次数为 4 次, 即至少进行 4 次滴定试验。但实际滴定试验次数是否有效, 须根据有效试验次数 m 而定。

6.9.3.1 m 的计算

m 按下列公式计算:

a. $O_s \leq 0.015 \text{ mg/L}$ 时:

$$m = \frac{K}{0.007} \quad (9)$$

b. $0.015 \text{ mg/L} < O_s \leq 0.070 \text{ mg/L}$ 时:

$$m = \frac{K}{0.010} \quad (10)$$

式中: K ——一组滴定试验的溶氧量计算结果的参考偏差。

为便于确定 K 值, 实际滴定试验次数应为 2 的倍数, 可按 4.10 条规定, 基本滴定试验次数可定为 4 次。

6.9.3.2 K 的确定

K 值按下述原则确定: 当滴定试验次数为 2 的偶数倍数时, 如 4, 8 等, 则逐次删去该组试验计算结果中的一个最高值和一个最低值, 直至剩下一半数据, 这一半数据中的最高值与最低值之差即为 K ; 当滴定试验次数为 2 的奇数倍数时, 如 6, 10 等, 分别按先删最高值后删最低值和先删最低值后删最高值两种方法, 逐步删除该组试验计算结果的最高值和最低值, 获得两组数据(均为全部数据一半)。分别求出这两组数据的最高值与最低值之差 K' 和 K'' , K' 和 K'' 的算术平均值即为 K 。

6.9.3.3 如果计算出的 m 大于实际滴定试验次数, 则增加试验次数, 重新估算 K 和 N , 直至 N 值小于实际试验次数, 数据方为有效。

6.9.4 滴定试验结果的中值 M

采用一组滴定试验计算结果的中值 M 表示该组试验的结果:

先按公式(7)或公式(8)计算每一次滴定试验的溶氧量, 得到一组数据, 然后逐步删去一组数据的最

高值和最低值,直至剩下两个数据,两者的算术平均值即中值 M 。

6.9.5 试验结果的准确度和精确度

如滴定试验程序完全遵从本标准的规定,试验结果可达到下述的准确度和精确度。

a. $M \leq 0.015 \text{ mg/L}$ 时:

准确度: $\pm (0.0010 + 0.1 M) \text{ mg/L}$;

精确度:

电势滴定: $\pm 0.0014 \text{ mg/L}$;

淀粉滴定: $\pm 0.0029 \text{ mg/L}$ 。

b. $0.015 \text{ mg/L} < M \leq 0.070 \text{ mg/L}$ 时:

准确度: $\pm (0.0010 + 0.1 M) \text{ mg/L}$;

精确度:

电势滴定: $\pm 0.0021 \text{ mg/L}$;

淀粉滴定: $\pm 0.0043 \text{ mg/L}$ 。

6.9.6 滴定试验最终结果 O 的表示

$$O = M \pm (0.0010 + 0.1 M), \text{mg/L} \quad \dots\dots\dots(11)$$

7 溶氧量测定——靛蓝二磺酸钠葡萄糖比色法

7.1 在 pH 为 12.5 左右的条件下,被葡萄糖还原的靛蓝二磺酸钠与水中的溶解氧反应,呈现出特定的色泽。随着溶氧量不同,会呈现出不同的色泽,通过与标准色对比,可确定被测水样中的溶氧量。

7.2 比色试验器皿

7.2.1 容积 50 mL 的酸式滴定管一支。

7.2.2 一个容积为 200~300 mL 的无色玻璃缩口取样瓶,并具有严密磨口塞。

7.2.3 取样桶一个,桶的高度至少比取样瓶高 25 mm,并且其口径大于取样瓶外径。

7.2.4 冷却器一个,如滴定试验所要求。

7.2.5 氯丁橡胶管。用来将试样从冷却器引入取样瓶。不得采用塑料管。

7.3 试剂

7.3.1 靛蓝二磺酸钠溶液

称取 0.18 g 靛蓝二磺酸钠(纯度为 100%),加数滴水润湿后加 0.5 mL 浓硫酸,在沸水浴上加热 30 min,冷却后用蒸馏水溶解并稀释至 50 mL。

7.3.2 葡萄糖溶液:将 1.0 g 葡萄糖溶于蒸馏水并稀释至 50 mL。置于 10℃ 的冷藏室保存,或使用配制。

7.3.3 氢氧化钾溶液:称取 64.6 g 氢氧化钾,溶于 100 mL 蒸馏水。

7.3.4 靛蓝二磺酸钠葡萄糖溶液:量取上述靛蓝二磺酸钠溶液和葡萄糖溶液各 5 mL,氢氧化钾溶液 10 mL,加 5 mL 蒸馏水,充分混合,立即注入 25 mL 的滴定管,加入矿物油封住。在 20℃ 左右的室温下放置 2 min,呈柠檬色后使用。

7.3.5 红色标准液:将 59.2 g 氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于 1% 盐酸制成 1 L 溶液。

7.3.6 黄色标准液:将 45.05 g 氯化高铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于 1% 盐酸制成 1 L 溶液。

7.3.7 蓝色标准液:将 62.45 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于 1% 盐酸制成 1 L 溶液。

7.4 按表 8 的要求,用上述的三种基本标准色制成比色试验标准色。

表 8 比色试验标准色

序 号	所代表的溶氧量 mg/L	红色溶液用量 mL	黄色溶液用量 mL	蓝色溶液用量 mL	溶液颜色
1	0.000	0.56	26.25	—	黄绿色
2	0.005	3.75	15.00	—	微绿黄色
3	0.010	4.70	9.40	—	橙黄色
4	0.015	7.05	7.50	—	橙黄微红色
5	0.020	9.60	4.20	—	粉红色
6	0.025	10.80	3.00	—	桔红色
7	0.030	11.20	2.60	—	红色
8	0.035	11.40	2.20	1.00	绛红色
9	0.040	11.80	1.80	1.60	绛红色
10	0.050	13.60	1.20	6.00	绛红微紫色
11	0.060	16.60	0.80	12.60	红紫色
12	0.070	19.80	0.40	16.40	浅红紫色
13	0.080	22.60	0.20	20.00	紫色
14	0.100	22.40	0.60	34.00	深紫色

7.5 先将取样瓶和取样桶洗净,然后将取样瓶置于取样桶内,将取样管(胶管)插入取样瓶底部。试样流量约 500~600 mL/min,使试样充满取样瓶,并至少溢流 3 min。试样温度应比环境温度低 1~3℃,并不得超过 35℃。

7.6 将充有靛蓝二磺酸钠葡萄糖溶液的滴定管慢慢插入取样瓶,轻轻抽取出取样管,迅速加入 1.0 mL 的靛蓝二磺酸钠葡萄糖溶液,立即塞紧瓶盖,充分混合;放置 1~2 min,立即在白色光线,以白色作背景,同标准色(见表 8)进行比较,确定溶氧量。

8 试验报告

试验报告分为试验总结报告和试验技术报告两项。除氧器验收或鉴定性试验的试验报告应由试验总结报告和试验技术报告组成。

8.1 试验总结报告内容

- 试验地点、单位、日期、设备编号;
- 试验申请单位和负责单位;
- 试验目的;
- 设备概况(设备规范、保证条件);
- 主要测量参数;
- 测量和计算结果(数据汇总表);
- 结论。

8.2 试验技术报告内容

- 试验目的;
- 设备技术特性、运行情况及必要的简图;

- c. 测试方法、测点布置(必要时附图);
 - d. 试验结果综合表;
 - e. 对试验结果的分析与评价;
 - f. 结论和建议;
 - g. 测量仪表的补充说明。
-

附加说明:

本标准由中华人民共和国机械电子工业部提出。

本标准由机械电子工业部上海发电设备成套设计研究所归口。

本标准由上海发电设备成套设计研究所负责起草。

本标准主要起草人陈大空。