

中华人民共和国能源行业标准

NB/T XXXXX—XXXX

地热流体化学和同位素分析测试规范

Analysis Standards for chemistrical and isotopic compositions of geothermal fluids

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

征求意见稿

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家能源局

发布

目次

前 言 IV

2.1 温度的测定-温度计（测温仪）法 1

1 适用范围 1

2 基本原理 1

3 材料和仪器设备 1

4 分析方法 1

5 质量保证和控制 2

2.2 pH 值的测定-玻璃电极法 3

1 适用范围 3

2 基本原理 3

3 材料和仪器设备 3

4 试剂 3

5 分析方法 4

6 质量检查与控制 4

2.3 电导率（EC）的测定-电极法 6

1 适用范围 6

2 基本原理 6

3 材料和仪器设备 6

4 试剂 6

5 分析方法 6

6 质量保证和控制 8

2.4 总溶解性固体含量的测定-重量法 9

1 适用范围 9

2 基本原理 9

3 材料和仪器设备 9

4 试剂 9

5 分析方法 9

6 质量保证和控制 10

2.5 总溶解性固体含量的测定-加和法 11

1 适用范围 11

2 基本原理 11

3 试剂 11

4 材料和仪器设备 11

5 分析方法 11

6 质量保证和控制 11

2.6 硫化物的测定-滴定法 13

1 适用范围 13

2 基本原理 13

3 材料和仪器设备 13

4 试剂 13

5 分析方法 13

6 质量保证和控制 14

2.7 铁的测定-分光光度法 15

1 适用范围 15

2 基本原理 15

3 材料和仪器设备 15

4 试剂 15

5 分析方法 16

6 质量保证和控制 17

2.8 溶解氧的测定-比色法 18

1 适用范围 18

2 基本原理 18

3 材料和仪器设备 18

4 试剂 18

5 分析方法 18

6 质量检查和控制 19

地热流体化学和同位素分析测试规范

Analysis Standards for chemistrical and isotopic compositions of geothermal fluids

第 2 部分-地热流体物理指标测试

2.1 温度的测定-温度计（测温仪）法

Determination of temperature--Thermometer (thermometer) method

1 适用范围

- 1.1 本方法利用温度计或热敏电阻测温仪或红外测温计测定地热流体的温度。
- 1.2 本方法适用于天然出露和钻孔揭露的地热流体温度的测量。
- 1.3 本方法一般的检出限为 0.1℃。

2 基本原理

根据地热流体类型和温度范围，选用适宜的温度计或测温仪。将探头伸入水体或者对着合适的测量点，待温度达到平衡后，观察并记录相应的流体温度。

3 材料和仪器设备

- 3.1 温度计(最小刻度值 0.1℃)或热敏电阻测温仪(精度 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ，分辨率 0.01℃)。
- 3.2 红外测温计
- 3.3 便携式水质分析仪
- 3.4 500mL 烧杯

4 分析方法

4.1 取样时温度的测量

- 4.1.1 对于天然出露的温泉，可将温度计插入水中或将测温仪或便携式水质分析仪探头深入所需深度，放置 3-5 分钟，待温度达到平衡后，记录水体温度。同时测量和记录气温。
- 4.1.2 对于钻孔揭露的地热流体，如果井口或者距离井口 7m 处管道上装有温度计，可直接读取其温度并做好记录；如果没有安装温度计，可将红外测温仪近距离（距离小于 1cm）对准距离井口 7m 处的水平管道中部 2-3 分钟，待温度稳定后，记录水体温度。同时测量和记录气温。或者在离井口超过 7m 的水平管道阀门处用烧杯采集地热流体样品，将温度计或测温仪等放置于烧杯中，1-2 分钟后待温度平衡后，读取并记录水体温度。同时测量和记录气温。

- 4.2 分析时水温的测量：开启水样瓶塞后，将拭净的温度计插入水样瓶中，待 2~3 分钟后，记录温度读数，同时记录当时的室温。

5 质量保证和控制

每一批次试样测量次数均为三次，三次测量结果的差值应不超过0.2 ℃。

2.2 pH 值的测定—玻璃电极法

Determination of pH —Glass-electrodes method

(来自 DZ/T 0064.6-2021)

1 适用范围

- 1.1 本方法是利用玻璃电极法测定地热水的 pH 值。
- 1.2 本方法要求同时记录测量 pH 值时的温度。
- 1.3 本方法仅用于冷却后地热流体样品的测量。

2 基本原理

将规定的指示电极和参比电极浸入同一被测溶液中，构成一原电池，其电动势与溶液中氢离子的浓度遵循能斯特公式，通过测量原电池的电动势即可得出溶液的 pH 值。

3 材料和仪器设备

- 3.1 精密酸度计：测量范围为 0~14；读数精度 ≤ 0.02 。
- 3.2 电极：玻璃电极和饱和甘汞电极，或复合电极。
- 3.3 温度计：0℃~50℃，精确至 ± 0.1 ℃。
- 3.4 便携式 pH 探头：测量范围为 0~14，0℃~105℃，读数精度 ≤ 0.01 。
- 3.5 500mL 烧杯

4 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

- 4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的二级水。
- 4.2 邻苯二甲酸氢钾标准缓冲溶液：称取 10.21 g 在 105℃烘干 2 h 的邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)，溶于纯水中，并稀释到 1 000 mL，此溶液的 pH 在 20℃时为 4.00。
- 4.3 混合磷酸盐标准缓冲溶液：称取 3.40 g 在 105℃烘干 2 h 的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 和 3.55 g 磷酸二氢钠 (NaH_2PO_4)，溶于纯水中，并稀释至 1 000 mL。此溶液的 pH 在 20℃时为 6.88。
- 4.4 四硼酸钠标准缓冲溶液：称取 3.81 g 四硼酸钠 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)，溶于纯水中，并稀释至 1 000 mL，此溶液的 pH 在 20℃时为 9.22。

配制上述缓冲溶液所用水均为新煮沸并放冷的纯水。配成的溶液应储存在聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶

内。此类溶液可以稳定 2 个月。以上三种缓冲溶液的 pH 随温度而稍有变化，见表 1。

表1 标准缓冲溶液在不同温度时的 pH

温度（℃）	标准缓冲溶液的 pH		
	邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液	混合磷酸盐缓冲溶液	四硼酸钠缓冲溶液
0	4.00	6.98	9.46
10	4.00	6.95	9.40
15	4.00	6.92	9.33
20	4.00	6.90	9.28
25	4.00	6.88	9.22
30	4.01	6.86	9.18
35	4.02	6.85	9.14
40	4.02	6.84	9.10
45	4.04	6.84	9.07

4.5 pH=4.01，pH=6.99，pH=10.01 的标准液，可购买。

5 分析方法

5.1 使用一般玻璃电极和酸度计

5.1.1 玻璃电极在使用前应放入纯水中浸泡 24 h 以上。

5.1.2 pH 计校正：仪器开启半小时后，按仪器使用说明书操作，进行调零、温度补偿以及满刻度校正等工作。

5.1.3 pH 定位：选用一种与被测水样 pH 接近的标准缓冲溶液，重复定位 1 次～2 次，当水样 pH<7.0 时，使用邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液（4.2）定位，以混合磷酸盐标准缓冲溶液（4.3）或四硼酸钠标准缓冲溶液（4.4）复定位；水样 pH>7.0 时，则用四硼酸钠标准缓冲溶液（3.4）定位，以邻苯二甲酸氢钾标准缓冲溶液（4.2）或混合磷酸盐标准缓冲溶液（4.3）复定位。

5.1.4 用洗瓶以纯水缓缓淋洗电极数次，再以水样淋洗 6 次～8 次，然后插入水样中，待读数稳定后直接从仪器上读出 pH 值。

5.2 使用便携式 pH 探头

5.2.1 使用前用 3.5 中的标准液将 pH 探头进行校正。

5.2.2 水样采集现场，用 500mL 烧杯收集地热水样品，将 pH 探头放入其中，待稳定后读取 pH 值，并记录此时的温度。室内条件下，打开样品瓶，将一定量地热水倒入 500mL 样品瓶中，将 pH 探头放入其中，待稳定后读取 pH 值，并记录此时的温度。

5.2.3 使用完成后，用洗瓶以去离子水将 pH 探头清洗数次，将储存于饱和 KCl 溶液中。

6 质量检查与控制

6.1 每一批次试样在 10 个以下，插入 1~2 个标准物质；10 个以上插入 2 个或 2 个以上标准物质进行准确度的控制，实际测得的 pH 值与标准值的误差应小于 0.2pH 单位。

6.2 使用之前需要对 pH 计校正。

6.3 同一实验室测定 pH 值分别为 4.00、6.89、7.44、9.25 的标准缓冲溶液（17.5℃），其相对标准偏差分别为 0.12%、0.07%、0.06%、0.06%。

6.4 水的 pH 值大小，主要决定于水中 CO_2 、 HCO_3^- 或 CO_3^{2-} 的含量，由于它们极易受温度、压强的影响，故 pH 最好在现场测定。对于地热流体，应同时测量现场 pH 值和室内 pH 值，并记录测量时的温度。

6.5 用两种标准缓冲溶液进行定位时，将温度补偿旋钮调至标准缓冲溶液的温度处，若测得的斜率值在 90%~100% 范围内，则电极使用状态正常。如果酸度计不具备斜率系数调节功能，可用两种标准溶液互相校准，其 pH 值误差不得大于 0.1（如斜率值小于 90% 或 pH 值误差大于 0.1，则该电极应清洗或更换）。

6.6 经常使用时，电极应浸泡在纯水中。较长时间不用，可洗净后，放电极盒内保存。由于玻璃球泡部分非常薄，在使用和保存时，切勿与硬物相碰或用手触摸。

6.7 饱和甘汞电极在使用时，要拔去侧面的胶塞，以防止产生扩散电位，影响测定结果。电极内的氯化钾溶液中不能有气泡，以防止断路。氯化钾溶液应保持饱和状态和一定的液面高度，当室温升高时，甘汞电极内的饱和氯化钾溶液可能由饱和状态变为不饱和状态，故电极内应保持一定量氯化钾晶体。

6.8 测定时如发现读数不稳，除检查仪器外，还应检查电极。首先检查甘汞电极内部是否有气泡，再检查电极端部砂心毛细管是否堵塞，用滤纸贴在电极头上，如有溶液渗出，表明毛细管未被阻塞。如上述检查无问题，则可用盐酸溶液 [$c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$] 浸洗玻璃电极，用纯水洗净后再测。如仍不稳定，则需更换电极。

6.9 复合电极的使用应注意：

- (a) 使用时电极下端的保护帽应取下，取下后应避免电极的敏感玻璃泡与硬物接触，以防止电极失效，使用完后应将电极保护帽套上，帽内应放少量外参比补充液 3mol/L 氯化钾溶液，以保持电极球泡的湿润。
- (b) 使用前发现保护帽中补充液干枯，应在 3mol/L 氯化钾溶液中浸泡数小时，以保证电极使用性能。
- (c) 使用时电极上端小孔的橡皮塞必须拔出，以防止产生扩散电位，影响测定结果。3mol/L 氯化钾溶液，可以从小孔加入，电极不使用时，应将橡皮塞塞入，以防止补充液干枯。
- (d) 应避免长期浸在蒸馏水、蛋白质溶液和酸性氟化物溶液中，避免与有机硅油接触。
- (e) 经长期使用后，如发现斜率有所降低，可将电极下端浸泡在氢氟酸溶液（4%）中 3s~5s，用蒸馏水洗净，在 0.1mol/L 盐酸溶液中浸泡，使之活化。
- (f) 被测溶液中如含有易污染敏感球泡或堵塞液接界的物质而使电极钝化，会出现斜率降低，发生这种现象应根据污染物质的性质，选择适当溶液清洗，使电极复新。部分污染物质及其对应的清洗剂见表 1。

6.10 pH 大于 9 的溶液，应使用高碱玻璃电极测定 pH。

2.3 电导率（EC）的测定-电极法

Determination of conductivity-Electrode method

（引自 DZ/T 0064.6-2021）

1 适用范围

- 1.1 本方法利用电极法现场测定地热水的电导率。
- 1.2 本方法得到的电导率转化为矿化度时，较实际的矿化度要小。

2 基本原理

在电解质的溶液里，离子在电场的作用下，由于离子的移动具有导电作用。在一定条件下，水样的电导随着离子含量的增加而升高，而电阻则降低。因此，电导率 EC 就是电流通过单位面积 A 为 1cm^2 ，距离 L 为 1cm 的两铂黑电极的电导能力，即电导率 EC 为给定的电极常数 Q 与水样 R_s 的比值，按式（1）计算：只要测定出水样的 R_s 或水样的 G_s ， EC 即可得出。

$$EC = \frac{Q}{R_s} \quad (1)$$

3 材料和仪器设备

- 3.1 电导率仪。
- 3.2 铂电极。
- 3.3 温度计：0 °C～50 °C，精确至±0.1 °C。

4 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

- 4.1 纯水，符合 GB/T 6682 规定的一级水。
- 4.2 氯化钾标准溶液 $[c(\text{KCl})=0.01\text{ mol/L}]$ ：称取经 105 °C～110 °C 烘干 2 h 的氯化钾 0.7455 g 于烧杯中，用煮沸除去二氧化碳冷却后的纯水（电导率应小于 1.0 $\mu\text{S/cm}$ ）溶解，移至 1000 mL 容量瓶中定容。25 °C 时，此溶液电导率为 $1.413 \times 10^3 \mu\text{S/cm}$ 。

5 分析方法

- 5.1 电极常数的测定

如铂电极(3.2)上未标明电极常数，则按以下实验方法确定。取氯化钾标准溶液(3.2)25mL~30mL 于 50mL 烧杯中，插入铂电极（3.2）。在 25℃条件下，用电导率仪（3.1）按仪器说明书操作，读出电导值 G。重复测定 3 次~5 次。从表 1 中查出氯化钾标准溶液的电导率，按公式(2)计算电极常数。

$$Q=\frac{1}{G_{KCl}}\times K_{KCl}$$

(2)

式中： Q -铂电极的电极常数，cm⁻¹； G_{KCl} -25℃时测得氯化钾标准溶液的电导值，μS； K_{KCl} -从表1中查出的25℃时氯化钾溶液的标准电导率值，μS/cm。

表1 25 ℃时氯化钾溶液的电导率

浓度(mol/L)	0.0001	0.0005	0.001	0.005	0.010	0.020	0.050	0.10	0.20	0.50
电导率(μ s/cm)	14.94	73.90	147.0	717.8	1413	2767	6668	12900	24820	58640

5.2 样品测量

5.2.1 5.2.1 根据试样电导率的大致范围，按表 2 选择适当的电极。按所选用电极的电极常数，调好仪器上电极常数调节旋钮的位置，并将量程选择旋钮放在适当的档次上。

表2 电极选择

水样类型	电导率范围， μ s/cm	选用电极
溶解性固体总量极低的水或纯净水	<1*10	光亮铂电极
一般地下水	1*10~1*10 ⁴	铂黑电极 Q 为 1 左右
溶解性固体总量高的地下水	>1*10 ⁴	铂黑电极 Q 为 10 左右

5.2.2 取适量水样冲洗 50 mL 烧杯并冲洗电极几次后，再取适量水样，将电极浸入水中，按仪器操作步骤测量，读取表头数值，即为 t ℃时的电导率(K_t)，同时用温度计（4.3）测量水样温度(t ℃)。

5.2.3 测量完毕，用纯净水洗净电极，用滤纸吸干电极表面水份(切勿擦电极的铂黑镀膜)，在不使用时，将其装入电极盒内保存。

5.3 试验数据处理

水样的电导率(25℃)用公式(3)计算。

$$K_{25}=K_t/[1-0.02(25-t)]$$

□

(3)

式中： K₂₅ -25℃时水样的电导率，μS/cm； K_t -t℃时测得水样的电导率，μS/cm； t -测量时水样的温度，℃。

如采用电极常数为10的电极，且电极常数选择旋钮放在“1”的位置时，则测得的K_t值应乘以10。

6 质量保证和控制

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/288004125137006036>