



中华人民共和国国家标准

GB 15892—2020
代替 GB 15892—2009

生活饮用水用聚氯化铝

Polyaluminium chloride for treatment of drinking water

2020-07-23 发布

2021-08-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 分子式 1

4 产品分类 1

5 要求 1

 5.1 原料要求 1

 5.2 技术要求 1

6 试验方法 2

 6.1 通则 2

 6.2 氧化铝(Al_2O_3)含量的测定 2

 6.3 盐基度的测定 5

 6.4 密度的测定 6

 6.5 不溶物含量的测定 6

 6.6 pH 值的测定 7

 6.7 铁含量的测定 7

 6.8 砷含量的测定 7

 6.9 铅含量的测定 10

 6.10 镉含量的测定 12

 6.11 汞含量的测定 14

 6.12 铬含量的测定 17

7 检验规则 17

8 标志、包装、运输和贮存 18

附录 A(资料性附录) 混凝性能的测定 19

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB 15892—2009《生活饮用水用聚氯化铝》，与 GB 15892—2009 相比，主要技术变化如下：

- 修改了生活饮用水用聚氯化铝的指标(见表 1, 2009 年版的表 1)；
- 增加了铁含量的测定(见 6.7)；
- 将砷含量测定中的砷斑法改为原子荧光光谱法(见 6.8.1, 2009 年版的 5.6.2)；
- 铅、镉含量测定中增加了火焰原子吸收光谱法(见 6.9.2、6.10.2)
- 将汞含量测定中的分光光度法改为原子荧光光谱法(见 6.11.1, 2009 年版的 5.9.1)；
- 删除了六价铬含量的测定(见 2009 年版的 5.11)；
- 增加了铬含量的测定(见 6.12)。

本标准由中华人民共和国工业和信息化部提出并归口。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 15892—1995、GB 15892—2003、GB 15892—2009。

生活饮用水用聚氯化铝

警示——本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。

1 范围

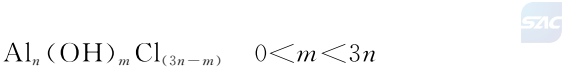
本标准规定了生活饮用水用聚氯化铝的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于生活饮用水用聚氯化铝,该产品主要用于生活饮用水的净化。

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 320 工业用合成盐酸
- 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/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法
- GB/T 4294 氢氧化铝
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8946 塑料编织袋通用技术要求
- GB/T 22596 水处理剂 铁含量测定方法通则

3 分子式



4 产品分类

聚氯化铝按形态分为液体和固体两类。

5 要求

5.1 原料要求

生产聚氯化铝的原料盐酸,应采用符合 GB/T 320 规定的工业用合成盐酸;含铝原料,应以符合 GB/T 4294 规定的氢氧化铝为主要原料。

5.2 技术要求

5.2.1 外观:液体为无色至淡黄色透明液体;固体为白色至淡黄色颗粒或粉末。

5.2.2 生活饮用水用聚氯化铝指标应符合表 1 要求。

表 1

指标名称	指标	
	液体	固体
氧化铝(Al ₂ O ₃)的质量分数/%	≥10.0	≥29.0
盐基度/%	45.0~90.0	
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥1.12	—
不溶物的质量分数/%	≤0.1	
pH 值(10 g/L 水溶液)	3.5~5.0	
铁(Fe)的质量分数/%	≤0.2	
砷(As)的质量分数/%	≤0.000 1	
铅(Pb)的质量分数/%	≤0.000 5	
镉(Cd)的质量分数/%	≤0.000 1	
汞(Hg)的质量分数/%	≤0.000 01	
铬(Cr)的质量分数/%	≤0.000 5	
表中所列产品的不溶物、铁、砷、铅、镉、汞、铬的质量分数均按 Al ₂ O ₃ 含量为 10.0%计,Al ₂ O ₃ 含量>10.0%时,应按实际含量折算成 Al ₂ O ₃ 为 10.0%产品比例,计算出相应的质量分数。本产品还应符合国家相关法律法规及强制性标准要求。		

6 试验方法

6.1 通则

本标准中原子吸收光谱法和原子荧光光谱法应使用优级纯试剂,水应符合 GB/T 6682 中二级水的规定;其他试验方法应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

6.2 氧化铝(Al_2O_3)含量的测定

6.2.1 氯化锌标准溶液滴定法(仲裁法)

6.2.1.1 方法提要

用硝酸溶液将试样解聚,在 pH=3 时加过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液,使其与铝离子络合,然后用氯化锌标准滴定溶液回滴过量的 EDTA 溶液,得出氧化铝(Al_2O_3)含量。

6.2.1.2 试剂和材料

6.2.1.2.1 无二氧化碳的水。

6.2.1.2.2 硝酸溶液:1+12。

6.2.1.2.3 氨水溶液:1+1。

6.2.1.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为0.05 mol/L。

6.2.1.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}=5.5$):称取乙酸钠(三水)272 g溶于水中,加冰乙酸19 mL,稀释至1 000 mL。

6.2.1.2.6 氧化铝标准溶液:1 mL含0.001 g Al_2O_3 。称取0.529 3 g高纯铝($\geq 99.99\%$),精确至0.2 mg。置于200 mL聚乙烯杯中,加水20 mL,加氢氧化钠约3 g,使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热),用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后再加10 mL,使其透明,冷却,移入1 000 mL容量瓶,稀至刻度,摇匀。

6.2.1.2.7 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约0.025 mol/L,按如下步骤制备:

- 配制:称取3.5 g氯化锌(ZnCl_2),溶于盐酸溶液[0.05%(体积分数)]中,稀释至1 L,摇匀。
- 标定:移取20 mL EDTA溶液和40 mL氧化铝标准溶液,置于250 mL锥形瓶中,以下按6.2.1.3“加10 mL硝酸溶液……”步骤开始操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 $V(\text{mL})$ 。另外移取20 mL EDTA溶液,置于250 mL锥形瓶中,以下按6.2.1.3“加10 mL硝酸溶液……”步骤开始操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 $V_0(\text{mL})$ 。
- 结果计算:氯化锌标准滴定溶液浓度 $c(\text{ZnCl}_2)$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(1)计算:

$$c(\text{ZnCl}_2) = \frac{V_1 \rho_1 \times 10^3}{M/2(V_0 - V)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=40$);

ρ_1 ——氧化铝标准溶液的质量浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$);

V_0 ——空白消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——返滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

6.2.1.2.8 百里酚蓝溶液:1 g/L乙醇溶液。

6.2.1.2.9 二甲酚橙指示液:5 g/L。

6.2.1.3 分析步骤

称取约10 g液体试样或3 g固体试样,精确至0.2 mg。用无二氧化碳的水溶解,移入250 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。若稀释液浑浊,用中速滤纸干过滤,,此为试液A。

移取10 mL试液A,置于250 mL锥形瓶中,加10 mL硝酸溶液,煮沸1 min。冷却至室温后加20.00 mL EDTA溶液,加百里酚蓝溶液3滴~4滴,用氨水溶液中和至试液从红色到黄色,煮沸2 min。冷却后加入10 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液和2滴二甲酚橙指示液,加水50 mL,用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色即为终点。同时做空白试验。

6.2.1.4 结果计算

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V) c M / 2 \times 10^{-3}}{m V_1 / V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试样消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=10$);

V_A ——试液 A 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_A=250$)。

6.2.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值:液体产品不大于 0.1%;固体产品不大于 0.2%。

6.2.2 硫酸铜标准溶液滴定法

6.2.2.1 方法提要

在 pH 值为 4.3 时使乙二胺四乙酸二钠(EDTA)与铝离子络合,以 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA 溶液,得出氧化铝(Al_2O_3)含量。

6.2.2.2 试剂和材料

6.2.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.2.2.2.2 氨水溶液:1+1。

6.2.2.2.3 缓冲溶液(pH≈4.3):将 42.3 g 无水乙酸钠溶于水中,加 80 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 L,摇匀。

6.2.2.2.4 EDTA 溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

6.2.2.2.5 氧化铝标准溶液:1 mL 含 0.001 g Al_2O_3 ,同 6.2.1.2.6。

6.2.2.2.6 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4)$ 约 0.025 mol/L,按如下步骤制备:

- 配制:称取 6.3 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加 2 滴硫酸溶液(1+1),用水稀释至 1 L,摇匀。
- 标定:移取 20 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 6.2.2.3 步骤进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V_0 (mL)。移取 20 mL EDTA 溶液和 20 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 6.2.2.3 步骤进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V (mL)。
- 结果计算:硫酸铜标准滴定溶液浓度 $c(\text{CuSO}_4)$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(3)计算:

$$c(\text{CuSO}_4) = \frac{V_1 \rho_1 \times 10^3}{M/2(V_0 - V)} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=20$);

ρ_1 ——氧化铝标准溶液的质量浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$);

V_0 ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——返滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

6.2.2.2.7 PAN 指示液:将 0.3 g PAN 溶于 100 mL 95%乙醇中。

6.2.2.2.8 甲基橙指示液:1 g/L。

6.2.2.3 分析步骤

移取 10 mL 试液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加盐酸溶液 2 mL,煮沸 1 min。加 20.00 mL EDTA

溶液,加水至约 100 mL。滴加 2 滴甲基橙指示剂,用氨水溶液将试液颜色调至红色突变为黄色,再加 2 滴盐酸溶液。加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸 2 min,加 4 滴~5 滴 PAN 指示液,稍冷(约 95 ℃)以硫酸铜标准滴定溶液滴定至紫红色。同时做空白试验。

6.2.2.4 结果计算

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM/2 \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_0 ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试样消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸铜标准滴定溶液实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),($M=101.96$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=10$);

V_A ——试液 A 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_A=250$)。

6.2.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值:液体产品不大于 0.1%;固体产品不大于 0.2%。

6.3 盐基度的测定

6.3.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液,以氟化钾掩蔽铝离子,以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 无二氧化碳的水。

6.3.2.2 氟化钾溶液:500 g/L。称取 500 g 氟化钾,以 200 mL 无二氧化碳的水溶解后,稀释至 1 000 mL。加入 2 滴酚酞指示液并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液呈微红色,滤去不溶物后贮于塑料瓶中。

6.3.2.3 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.5 mol/L。

6.3.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.5 mol/L。

6.3.2.5 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

6.3.3 分析步骤

移取 25 mL 试液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加 20.00 mL 盐酸标准溶液。盖上表面皿,置于电炉上加至沸腾后立即取下,冷却至室温,加入 20 mL 氟化钾溶液,摇匀。加入 5 滴酚酞指示液,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈现微红色即为终点。同时用无二氧化碳的水作空白试验。

6.3.4 结果计算

盐基度以摩尔分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0 - V)cM/M \times 10^{-3}}{m w_1 \frac{V_1}{V_A} \times \frac{2M_1/M_2}{M_1/3}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V ——测定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——氢氧根(OH^-)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=16.99$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

w_1 ——6.2 测得的氧化铝的质量分数；

V_1 ——移取试液 A 的体积的数值，单位为毫升(mL)($V_1=25$)；

V_A ——试液 A 的总体积的数值，单位为毫升(mL)($V_A=250$)；

M_1 ——铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=26.98$)；

M_2 ——氧化铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=101.96$)。

6.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 2.0%。

6.4 密度的测定

6.4.1 方法提要

由密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度，读出密度值。

6.4.2 仪器、设备

6.4.2.1 密度计：分度值为 0.001 g/cm³。

6.4.2.2 恒温水浴：可控温度(20±0.1)℃。

6.4.2.3 温度计：分度值为 0.1℃。

6.4.2.4 量筒：250 mL 或 500 mL。

6.4.3 分析步骤

将液体聚合氯化铝试样注入清洁、干燥的量筒内，不得有气泡。将量筒置于(20±0.1)℃的恒温水浴中。待温度恒定后，将密度计缓缓地放入试样中。待密度计在试样中稳定后，读出密度计弯月面下缘的刻度(标有弯月面上缘刻度的密度计除外)，即为 20℃时试样的密度。

6.5 不溶物含量的测定

6.5.1 方法提要

试样用 pH 值为 2~2.5 的水溶解后，经过滤、洗涤、烘干至恒量，求出不溶物含量。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 稀释用水(pH 值 2.0~2.5)的配制：取 1 L 水，边搅拌边加入约 22 mL 0.5 mol/L 盐酸溶液，调节 pH 值至 2.0~2.5(用酸度计测量)。

6.5.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 电热恒温干燥箱：10℃~200℃。

6.5.3.2 布氏漏斗： $d=100$ mm。

6.5.4 分析步骤

称取约 10 g 固体试样和 30 g 液体试样,精确至 0.001 g。置于 250 mL 烧杯中,加入约 150 mL 稀释用水,充分搅拌,使试样溶解。然后,在布氏漏斗中,用恒量的中速定量滤纸抽滤。

用水洗至无 Cl^- 时(用硝酸银溶液检验),将滤纸连同滤渣于 100 °C~105 °C 干燥至恒量。

6.5.5 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——滤纸和滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——滤纸的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值,液体样品不大于 0.005 %,固体样品不大于 0.01 %。

6.6 pH 值的测定

6.6.1 仪器、设备

酸度计:精度 0.02 pH 单位,配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

6.6.2 分析步骤

6.6.2.1 试样溶液的制备

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,用水溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

6.6.2.2 测定

将试样溶液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出 pH 值。

6.7 铁含量的测定

按 GB/T 22596 规定执行。

6.8 砷含量的测定

6.8.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

6.8.1.1 方法原理

试样经加酸处理后,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷,再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢,由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷,在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测溶液中的砷浓度成正比,与标准系列比较定量。

6.8.1.2 试剂和材料

6.8.1.2.1 盐酸:优级纯。

6.8.1.2.2 硝酸:优级纯。

6.8.1.2.3 盐酸溶液:1+19。

6.8.1.2.4 硝酸溶液:1+1。

6.8.1.2.5 硝酸溶液:1+4。

6.8.1.2.6 硫脲溶液:50 g/L。

6.8.1.2.7 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 5.0 g 氢氧化钠和 20.0 g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中,用水溶解并稀释至 1 000 mL,贮存于聚乙烯瓶中。

6.8.1.2.8 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.8.1.2.9 砷标准溶液:0.2 μg/mL。移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,加 5.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液 2.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加 5.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。

6.8.1.3 仪器、设备

6.8.1.3.1 原子荧光光度计。

6.8.1.3.2 砷空心阴极灯。

6.8.1.4 校准曲线的绘制

6.8.1.4.1 分别取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 砷标准溶液于五个 100 mL 容量瓶中,分别加入 5.0 mL 盐酸,20 mL 硫脲溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min 以上。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0 μg/L、4 μg/L、8 μg/L、12 μg/L、16 μg/L。

6.8.1.4.2 仪器稳定后,以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂,以盐酸溶液为载流溶液,在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标,相对应的砷的质量浓度(μg/L)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

注:使用原子荧光光谱仪测定时,所需的硼氢化钾溶液浓度、载流溶液浓度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的 pH 值等会因仪器的型号不同而有差异,使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

6.8.1.5 分析步骤

6.8.1.5.1 玻璃仪器的预清洗

实验所用玻璃器皿使用前应使用硝酸溶液(1+4)浸泡 24 h,然后用水冲洗干净备用。

6.8.1.5.2 样品的测定

称取约 1.5 g 液体试样或 0.5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水、1 mL 硝酸溶液(1+1),盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 100 mL 容量瓶中,分别加入 5.0 mL 盐酸,20 mL 硫脲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按 6.8.1.4.2 的步骤进行测定(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤后测定),由校准曲线或回归方程得出砷含量。

6.8.1.6 结果计算

砷含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_4 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=100$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.8.1.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 05%。

6.8.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法

6.8.2.1 方法提要

在酸性介质中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V) 还原为 As(III) ,加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III) 进一步还原为砷化氢。砷化氢气体被二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液吸收,生成紫红色产物,在 510 nm 处测其吸光度。

6.8.2.2 试剂和材料

6.8.2.2.1 无砷锌粒。

6.8.2.2.2 三氯甲烷。

6.8.2.2.3 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液:20 g/L。

6.8.2.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

6.8.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液。

6.8.2.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液:称取 1.0 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,研碎后,边研磨边加入 100 mL 三氯甲烷。然后加入 18 mL 三乙基胺,再用三氯甲烷稀释至 1 000 mL,摇匀。静置过夜。用脱脂棉过滤,保存于棕色瓶中,置冰箱中保存。

6.8.2.2.7 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.8.2.2.8 砷标准溶液:0.001 mg/mL。移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.8.2.2.9 乙酸铅棉花。

6.8.2.3 仪器、设备

6.8.2.3.1 分光光度计:带有 1 cm 吸收池。

6.8.2.3.2 定砷器:符合 GB/T 610—2008 中 4.2.2.3 的规定。

6.8.2.4 分析步骤

6.8.2.4.1 校准曲线的绘制

6.8.2.4.1.1 在 6 个干燥的定砷瓶中,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液,再依次加入 30 mL、29 mL、28 mL、27 mL、26 mL、25 mL 水使溶液总体积为 30 mL。

6.8.2.4.1.2 在各定砷瓶中加入 20 mL 氯化亚锡盐酸溶液、5 mL 碘化钾溶液和 1 mL 硫酸铜溶液,摇匀。此时溶液中的酸度 c (以 H^+ 计)应在 1.8 mol/L~2.6 mol/L 之间。于暗处放置 30 min~40 min,加 5 g 无砷锌粒于定砷瓶中,立即将塞有乙酸铅棉花、盛有 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液(吸收液)的吸收管装在定砷瓶上,反应 25 min~35 min(避免阳光直射。如果吸收液挥发太快,应注意补充三氯甲烷)。取下吸收管(勿使吸收液倒吸),用三氯甲烷将吸收液补充至 5.0 mL,

混匀。

6.8.2.4.1.3 在波长 510 nm 处,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比,测定吸光度。

6.8.2.4.1.4 以砷的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

6.8.2.4.2 测定

称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 蒸发皿中。加入 10 mL 硫酸溶液,在沸水浴上蒸至近干。冷却,以热水溶解(如有不溶物应过滤去除),再移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液 B。

移取 10 mL 试液 B 于定砷瓶中,加入 20 mL 水。然后按校准曲线的绘制中的 6.8.2.4.1.2 和 6.8.2.4.1.3 步骤操作,测定吸光度。由校准曲线或回归方程得出砷的质量的数值。

6.8.2.5 结果计算

砷含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_4 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m ——从校准曲线或回归方程得出的砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=10$);

V_B ——试液 B 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_B=100$)。

6.8.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 05 %。

6.9 铅含量的测定

6.9.1 电加热式原子吸收光谱法(仲裁法)

6.9.1.1 方法提要



采用电加热原子吸收光谱法,在波长 283.3 nm 处测定吸光度,求出铅的含量。

6.9.1.2 试剂和材料

6.9.1.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.9.1.2.2 铅标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.9.1.2.3 铅标准溶液:移取 10.00 mL 铅标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g Pb。

6.9.1.3 仪器、设备

6.9.1.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μ L~500 μ L 微量液体流量计或自动进样器。

6.9.1.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。

6.9.1.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

6.9.1.3.4 铅空心阴极灯。

6.9.1.4 分析步骤

6.9.1.4.1 称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.2 mg。置于 250 mL 烧杯中,加水 30 mL、

硝酸溶液 10 mL。盖上表面皿煮沸 1 min,冷至室温后转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为试液 C。

6.9.1.4.2 分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准溶液于四个 50 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 283.3 nm 处测其吸光度。以铅标准溶液的质量浓度($\mu\text{g/L}$)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.9.1.4.3 移取适量体积的试液 C,按 6.9.1.4.2 操作,测定。由校准曲线或回归方程得出铅的质量浓度。

6.9.1.5 结果计算

铅含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_5 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_c} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

ρ ——试样中铅的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——测定时试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=50$);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 C 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_c ——试液 C 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_c=250$)。

6.9.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 05%。

6.9.2 火焰原子吸收光谱法

6.9.2.1 方法提要

向试样中加入二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液使铅螯合,用 4-甲基-2-戊酮萃取,用原子吸收光谱法在波长 283.3 nm 处测定吸光度,求出铅含量。

6.9.2.2 试剂和材料

6.9.2.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.9.2.2.2 4-甲基-2-戊酮。

6.9.2.2.3 氨水溶液:1+5。

6.9.2.2.4 盐酸溶液:1+3。

6.9.2.2.5 柠檬酸铵溶液:500 g/L。

6.9.2.2.6 硫酸铵溶液:400 g/L。

6.9.2.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液:100 g/L。

6.9.2.2.8 铅标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mg Pb。

6.9.2.2.9 铅标准溶液:移取 10.00 mL 铅标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 15 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg Pb。

6.9.2.3 仪器、设备

6.9.2.3.1 原子吸收光谱仪。

6.9.2.3.2 铅空心阴极灯。

6.9.2.4 分析步骤

6.9.2.4.1 称取约 5 g 液体试样或 1.5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸溶液 2 mL,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温。

6.9.2.4.2 加入 3 mL 柠檬酸铵溶液及 15 mL 硫酸铵溶液,用氨水溶液或盐酸溶液调整 pH 值至 5.0~5.2(用 pH 计)。然后分别加入 3 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液并混合均匀。

6.9.2.4.3 静置 3 min 后,移入分液漏斗中。依次加入 25.00 mL 4-甲基-2-戊酮,混摇 2 min,再静置 10 min 后,弃去水层,将萃取液收集于干燥的容量瓶中。

6.9.2.4.4 在仪器的最佳工作条件下,于波长 283.3 nm 处,以试剂空白调零,测其吸光度。

6.9.2.4.5 分别移取 0.00 mL(空白)、2.5 mL、5.00 mL、7.5 mL 铅标准溶液于 100 mL 烧杯中,加水至约 30 mL。以下按 6.9.2.4.2~6.9.2.4.4 操作。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铅的质量(mg)为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.9.2.5 结果计算

铅含量以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(10)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m ——试样中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.9.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 05 %。

6.10 镉含量的测定

6.10.1 电加热式原子吸收光谱法(仲裁法)

6.10.1.1 方法提要

采用电加热原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处测定吸光度,求出镉含量。

6.10.1.2 试剂和材料

6.10.1.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.10.1.2.2 镉标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.10.1.2.3 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。再取 10.00 mL 该溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。此溶液 1 mL 含 0.1 μ g Cd。

6.10.1.3 仪器、设备

6.10.1.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μ L~500 μ L 微量液体流量计或自动进样器。

6.10.1.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。

6.10.1.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

6.10.1.3.4 镉空心阴极灯。

6.10.1.4 分析步骤

6.10.1.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 镉标准溶液于四个 50 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 228.8 nm 处测其吸光度。以镉标准溶液的质量浓度($\mu\text{g/L}$)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.10.1.4.2 移取适量体积的试液 C(6.9.1.4.1),按 6.10.1.4.1 操作,测定。由校准曲线或回归方程得出镉的质量浓度。

6.10.1.5 结果计算

镉含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_c} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

ρ ——由校准曲线或回归方程得出的试样中镉的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——测定时试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=50$);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 C(6.9.1.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_c ——试液 C(6.9.1.4.1)的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_c=250$)。

6.10.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 05%。

6.10.2 火焰原子吸收光谱法

6.10.2.1 方法提要

向试样中加入二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液使镉螯合,用 4-甲基-2-戊酮萃取,用原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度,求出镉含量。

6.10.2.2 试剂和材料

6.10.2.2.1 4-甲基-2-戊酮。

6.10.2.2.2 氨水溶液:1+5。

6.10.2.2.3 盐酸溶液:1+3。

6.10.2.2.4 硝酸溶液:1+1。

6.10.2.2.5 柠檬酸铵溶液:500 g/L。

6.10.2.2.6 硫酸铵溶液:400 g/L。

6.10.2.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液:100 g/L。

6.10.2.2.8 镉标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.10.2.2.9 镉标准溶液:移取 10.00 mL 镉标准贮备液放入 100 mL 容量瓶中,加 15 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg Cd。

6.10.2.3 仪器、设备

6.10.2.3.1 原子吸收光谱仪。

6.10.2.3.2 镉空心阴极灯。

6.10.2.4 分析步骤

6.10.2.4.1 称取约 5 g 液体试样或 1.5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸溶液 2 mL,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温。

6.10.2.4.2 各加入 3 mL 柠檬酸铵溶液及 15 mL 硫酸铵溶液,用氨水溶液或盐酸溶液调整 pH 值至 5.0~5.2(用 pH 计)。然后分别加入 3 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液并混合均匀。

6.10.2.4.3 静置 3 min 后,移入分液漏斗中。依次加入 25.00 mL 4-甲基-2-戊酮,混摇 2 min,再静置 10 min 后,弃去水层,将萃取液收集于干燥的容量瓶中。

6.10.2.4.4 在仪器最佳工作条件下,于波长 228.8 nm 处,以试剂空白调零,测其吸光度。

6.10.2.4.5 分别移取 0.00 mL(空白)、0.5 mL、1.5 mL、2.5 mL 镉标准溶液于 100 mL 烧杯中,再分别加入 1 mL 硝酸溶液,加水至约 30 mL。以下按 6.10.2.4.2~6.10.2.4.4 操作。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉的质量(mg)为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.10.2.5 结果计算

镉含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(12)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

m ——试样中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.10.2.6 允许差



取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 05%。

6.11 汞含量的测定

6.11.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

6.11.1.1 方法提要

试样经酸加热消解后,在酸性介质中,试样中的汞被硼氢化钾(KBH_4)还原成原子态汞,由载气(氩气)带入原子器中,在特制汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态,在去活化到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与汞含量成正比,与标准系列比较定量。

6.11.1.2 试剂和材料

6.11.1.2.1 硝酸:优级纯。

6.11.1.2.2 盐酸:优级纯。

6.11.1.2.3 硝酸溶液:1+1。

6.11.1.2.4 硝酸溶液:(1+4)

6.11.1.2.5 盐酸溶液:1+19。

6.11.1.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 2.5 g 氢氧化钠和 10.0 g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中,用水溶解并稀释至 1 000 mL,该溶液现用现配。

6.11.1.2.7 汞标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.11.1.2.8 汞标准溶液(I):5 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 5 mL 汞标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 0.05 g

重铬酸钾、5 mL 硝酸,用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

6.11.1.2.9 汞标准溶液(Ⅱ):0.05 μg/mL。移取 1 mL 汞标准溶液(Ⅰ)置于 100 mL 容量瓶中,加入 0.05 g 重铬酸钾、5 mL 盐酸,用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

6.11.1.3 仪器、设备

6.11.1.3.1 原子荧光光度计。

6.11.1.3.2 汞空心阴极灯。

6.11.1.4 校准曲线的绘制

6.11.1.4.1 分别取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 汞标准溶液(Ⅱ)于六个 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸,稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中汞含量分别为 0 μg/L、1 μg/L、2 μg/L、3 μg/L、4 μg/L、5 μg/L。

6.11.1.4.2 仪器稳定后,以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂,以盐酸溶液为载体溶液,在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标,相对应的汞的质量浓度(μg/L)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

6.11.1.5 分析步骤

6.11.1.5.1 玻璃仪器的预清洗

实验所用玻璃器皿使用前应使用硝酸溶液(1+4)浸泡 24 h,然后用水冲洗干净备用。

6.11.1.5.2 样品的测定

称取约 1.5 g 液体试样或 0.5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水、1 mL 硝酸溶液(1+1),盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸,用水稀释至刻度,摇匀。按 6.11.1.4.2 的步骤进行测定(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤后测定),由校准曲线或回归方程得出汞的质量浓度。

6.11.1.6 结果计算

汞含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(13)计算:

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的试样中汞的质量浓度的数值,单位为微克每升(μg/L);

V ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=100$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.11.1.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 005%。

6.11.2 冷原子吸收法

6.11.2.1 方法提要

在酸性介质中,将试样中的汞氧化成二价汞离子,用氯化亚锡将汞离子还原成汞原子,用冷原子吸收法测定汞。

6.11.2.2 试剂和材料

6.11.2.2.1 硫酸-硝酸混合液:将 200 mL 硫酸(优级纯)缓慢加入 300 mL 水中,同时不断搅拌。冷却后加入 100 mL 硝酸,混匀。

6.11.2.2.2 硫酸(优级纯)溶液:1+71。

6.11.2.2.3 盐酸(优级纯)溶液:1+11。

6.11.2.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

6.11.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

6.11.2.2.6 氯化亚锡溶液:50 g/L。称取 5.0 g 氯化亚锡,置于 200 mL 烧杯中。加入 10 mL 盐酸溶液及适量水使其溶解,稀释至 100 mL,混匀。

6.11.2.2.7 汞标准贮备液:1 mL 溶液含 0.1 mg Hg。

6.11.2.2.8 汞标准溶液:1 mL 含 0.001 mg Hg。

6.11.2.3 仪器、设备

6.11.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

6.11.2.3.2 汞空心阴极灯。

6.11.2.4 分析步骤

6.11.2.4.1 校准曲线的绘制

在六个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,加水至 40 mL。加入 3 mL 硫酸-硝酸混合液和 1 mL 高锰酸钾溶液,摇匀,静置 15 min。再滴加盐酸羟胺溶液至试液红色恰好消失,用水稀释至刻度,摇匀。

在波长 253.7 nm 处,以氯化亚锡溶液还原后的试剂空白所产生的汞蒸气为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生汞蒸气的吸光度。以汞的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.11.2.4.2 测定

移取适量体积的试液 C(6.9.1.4.1)于 50 mL 容量瓶中。以下按校准曲线的绘制中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作,测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸气的吸光度。

6.11.2.5 结果计算

汞的含量以质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(14)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V / V_c} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

m ——从校准曲线或回归方程得出的汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试液 C(6.9.1.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_c ——试液 C(6.9.1.4.1)的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_c = 250$)。

6.11.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 005 %。

6.12 铬含量的测定

6.12.1 方法提要

采用电加热原子吸收光谱法,在波长 429.0 nm 处测定铬原子的吸光度,求出铬含量。

6.12.2 试剂与材料

6.12.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.12.2.2 铬标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.12.2.3 铬标准溶液:移取 10.00 mL 铬标准贮备溶液于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 μg Cr。

6.12.3 仪器、设备

6.12.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μL~500 μL 微量液体流量计或自动进样器。

6.12.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。

6.12.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。原子吸收分光光度计。

6.12.3.4 铬空心阴极灯。

6.12.4 分析步骤

6.12.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铬标准溶液于四个 50 mL 容量瓶中,加 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 429.0 nm 处测其吸光度。以铬标准溶液的质量浓度(μg/L)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.12.4.2 移取适量体积的试液 C(6.9.1.4.1),按 6.12.4.1 中从“加 1 mL 硝酸溶液……”操作,测定。由校准曲线或回归方程得出铬的质量浓度。

6.12.5 结果计算

铬含量以质量分数 w_s 计,数值以%表示,按式(15)计算:

$$w_s = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_C} \times 100 \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

ρ ——试样中铬的质量浓度的数值,单位为微克每升(μg/L);

V ——测定时试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=50$);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 C(6.9.1.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_C ——试液 C(6.9.1.4.1)的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_C=250$)。

6.12.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 05%。

7 检验规则



7.1 本标准规定的全部指标项目为型式检验项目,每 3 个月至少进行一次型式检验。其中氧化铝

(Al_2O_3)、盐基度、铁(Fe)、水不溶物、pH 值应逐批检验。

7.2 若需判定每批聚氯化铝的混凝性能,参见附录 A。

7.3 每批产品液体应不超过 200 t,固体应不超过 60 t。

7.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

7.5 液体产品采样时,应将采样器深入桶内,从上、中、下部位采样量不少于 100 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中,密封。

7.6 贮罐装运的液体产品采样时,应用采样器从罐的上、中、下部位采样。每个部位采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀,取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中,密封。

7.7 固体产品采样时,应将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样,每袋所采样品不少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中,密封。

7.8 在密封的样品瓶上粘标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存 3 个月备查。

7.9 按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

7.10 检验结果中如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果仍有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 聚氯化铝的外包装上应有涂刷牢固清晰的标志,注明生产厂名、产品名称、商标、净质量、批号和生产日期、标准编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的聚氯化铝产品都应附有质量检验报告及质量合格证。

8.3 聚氯化铝(液体)采用聚乙烯塑料桶包装。用户需要时,聚氯化铝(液体)也可用贮罐装运。

8.4 聚氯化铝(固体)采用双层包装,内包装采用食品级聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装,外包装的性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

8.5 聚氯化铝在运输过程中应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

8.6 聚氯化铝应贮存在通风干燥的库房内。液体产品贮存期为 6 个月,固体产品贮存期为 12 个月。

附录 A
(资料性附录)
混凝性能的测定

A.1 方法提要

用自然原水(江河、湖泊、水库等地面水源水),用混凝沉淀试验搅拌机进行混凝沉淀试验,根据试验结果判断混凝性能。

A.2 仪器、设备

- A.2.1 混凝沉淀试验搅拌机。
- A.2.2 散射光浊度仪。

A.3 混凝沉淀试验

A.3.1 聚氯化铝稀释液的配制:称取聚氯化铝试样,放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,使稀释液 Al_2O_3 含量为 1.0 mg/mL~10mg/mL。该液应在使用当天配制。

A.3.2 设置试验程序如下:

混合	500 r/min~600 r/min	30 s~60 s	
絮凝	20 r/min~200 r/min	10 min~30 min	
沉淀		10 min~30 min	

A.3.3 将原水注入六个型号相同的烧杯中,加至 1 000 mL 刻度处。移取所需聚氯化铝稀释液依次放入加药试管中。

A.3.4 启动混凝沉淀试验搅拌器,试验参照程序 A.3.2 进行。沉淀时间到,取澄清水样,测定剩余浊度等水质指标。

A.3.5 试验期间,同时观测絮凝体形成时间、形状、大小和沉降状况,并做记录。

A.4 混凝沉淀效果的评价

根据混凝剂投加量、澄清水剩余浊度和其他水质指标以及观测状况,绘制曲线或作表,评价混凝沉淀效果。
