



中华人民共和国国家标准

GB/T 22627—2022

代替 GB/T 22627—2014

水处理剂 聚氯化铝

Water treatment chemicals—Polyaluminium chloride

2022-03-09 发布

2022-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 示性式 1

5 要求 2

 5.1 感官要求 2

 5.2 原料要求 2

 5.3 技术要求 2

6 试验方法 2

 6.1 通则 2

 6.2 感官要求的判定 3

 6.3 氧化铝含量的测定 3

 6.4 密度的测定 6

 6.5 盐基度的测定 6

 6.6 不溶物含量的测定 7

 6.7 pH 值的测定 7

 6.8 铁含量的测定 7

 6.9 氨氮含量的测定 9

 6.10 砷含量的测定 11

 6.11 铅含量的测定 14

 6.12 镉含量的测定 15

 6.13 汞含量的测定 16

 6.14 铬含量的测定 19

7 检验规则 20

8 标志、包装、运输和贮存 20

附录 A（资料性） 混凝性能的判定 21

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 22627—2014《水处理剂 聚氯化铝》，与 GB/T 22627—2014 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了规范性引用文件(见第2章,2014年版的第2章)；
- 增加了术语和定义(见第3章)；
- 增加了原料要求(见5.2)；
- 增加了密度和氨氮指标,更改了部分技术指标(见表1,2014年版的表1)；
- 增加了密度的测定方法(见6.4)；
- 增加了铁含量测定方法——分光光度法(见6.8.1)；
- 增加了氨氮含量测定方法(见6.9)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：深圳市中润水工业技术发展有限公司、衡阳市建衡实业有限公司、浙江绿野净水剂科技股份有限公司、淄博正河净水剂有限公司、巩义市富源净水材料有限公司、重庆蓝洁广顺净水材料有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司、河南爱尔福克化学股份有限公司、中科检测技术服务(广州)股份有限公司、常州清流环保科技有限公司、太仓市业洪净水新材料有限公司、神美科技有限公司、广东华锋碧江环保科技有限公司、洛阳市誉龙净水材料有限公司、安徽科凌沃特水处理技术有限公司、上海高桥大同净水材料有限公司、福建融泉净水剂有限公司、成都汇锦水务发展有限公司、胜利油田新邦石油科技有限责任公司、南昌水业集团南昌工贸有限公司、中铝山东有限公司、河南昌泰环保科技有限公司、鑫睿国源(内蒙古)科技有限公司、河南华泉水处理有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：李润生、何青峰、俞明华、杨爱国、张进有、王明冬、沈烈翔、许志远、王波、韩晓刚、卢正洪、石伟杰、蒋志飞、王龙庆、路越峰、欧国华、陈自灿、蔡炳贤、辛胜、史振华、史立达、魏晓明、赵鑫、袁晓阳、白莹。

本文件于2008年首次发布,2014年第一次修订,本次为第二次修订。

水处理剂 聚氯化铝

警示——水处理剂聚氯化铝具有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应佩戴防护用具,避免与人体直接接触。如不慎接触,应立即用大量水冲洗,严重时立即就医。本文件并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了水处理剂聚氯化铝的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。
本文件适用于工业给水、废水和污水及污泥处理用聚氯化铝。

2 规范性引用文件

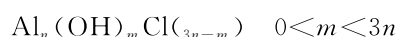
下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

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 6678 化工产品采样总则
GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
GB 6944 危险货物分类和品名编号
GB/T 8170—2008 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 21621 危险品 金属腐蚀性试验方法
GB/T 22592 水处理剂 pH 值测定方法通则
GB/T 22594—2018 水处理剂 密度测定方法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 示性式



5 要求

5.1 感官要求

液体产品：无色至黄色或黄褐色液体，无异味。

固体产品：白色至黄色或黄褐色颗粒或粉末。

5.2 原料要求

5.2.1 生产水处理剂聚氯化铝所用盐酸原料应优先选用符合 GB/T 320 规定的工业用合成盐酸。

5.2.2 如使用危险废物作为生产原料，应取得相关部门的批复，符合国家相关法律法规的规定。

5.3 技术要求

水处理剂聚氯化铝按相应的试验方法测定应符合表 1 要求。

表 1

指标名称		指标		试验方法
		液体	固体	
氧化铝(Al ₂ O ₃)的质量分数/%	≥	8.0	28.0	6.3
密度(20 ℃)/(g/cm ³)	≥	1.12	—	6.4
盐基度/%		20~98		6.5
不溶物的质量分数/%	≤	0.4		6.6
pH 值(10 g/L 水溶液)		3.5~5.0		6.7
铁(Fe)的质量分数/%	≤	1.5		6.8
氨氮(以 N 计)的质量分数/%	≤	0.05		6.9
砷(As)的质量分数/%	≤	0.000 5		6.10
铅(Pb)的质量分数/%	≤	0.002		6.11
镉(Cd)的质量分数/%	≤	0.000 5		6.12
汞(Hg)的质量分数/%	≤	0.000 05		6.13
铬(Cr)的质量分数/%	≤	0.005		6.14
表中所列产品的不溶物、铁、氨氮、砷、铅、镉、汞、铬的指标均按 Al ₂ O ₃ 质量分数为 10% 计, 当 Al ₂ O ₃ 含量≠10% 时, 应将实际含量折算成 Al ₂ O ₃ 为 10% 产品比例, 计算出相应的质量分数。				

6 试验方法

警示——本文件所使用的强酸、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。

6.1 通则

本文件中原子吸收光谱法和原子荧光光谱法所用试剂和水，应使用优级纯及以上试剂和

GB/T 6682—2008 规定的二级水。其他试验方法应使用分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,除非另有规定,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

6.2 感官要求的判定

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定颜色,以招气入鼻法判定气味。

6.3 氧化铝含量的测定

6.3.1 氯化锌标准溶液滴定法(仲裁法)

6.3.1.1 方法提要

用硝酸将试样解聚,在 pH 值约为 3 时加入过量的乙二胺四乙酸二钠溶液使其与铝离子络合,以二甲酚橙为指示剂,用氯化锌标准滴定溶液回滴过量乙二胺四乙酸二钠溶液。

6.3.1.2 试剂或材料

6.3.1.2.1 无二氧化碳的水。

6.3.1.2.2 硝酸溶液:1+12。

6.3.1.2.3 氨水溶液:1+1。

6.3.1.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.02 mol/L。

6.3.1.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈5.5):称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,加入 19 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

6.3.1.2.6 氧化铝标准溶液:0.001 g/mL(以 Al_2O_3 计)。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,加入 20 mL 水和 3 g 氢氧化钠,使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热),用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后再加入 10 mL,使其透明,冷却后转移至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3.1.2.7 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.02 mol/L。按下列步骤制备。

- 配制:称取 2.7 g 氯化锌,用盐酸溶液(1+19)溶解并稀释至 1 000 mL,摇匀。
- 标定:移取 25.00 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,按 6.3.1.3.4~6.3.1.3.5 进行操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V_0 。再移取 25.00 mL EDTA 溶液和 15.00 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,按 6.3.1.3.4~6.3.1.3.5 进行操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V 。
- 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:

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

式中:

ρ ——氧化铝标准溶液的质量浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL)($\rho=0.001$);

V_1 ——移取的氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=15$);

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 ——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);

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

6.3.1.2.8 百里香酚蓝指示液:1 g/L 乙醇溶液。

6.3.1.2.9 二甲酚橙指示液:2 g/L。

6.3.1.3 分析步骤

6.3.1.3.1 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后转移至 250 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀。若稀释液浑浊,用中速滤纸干过滤,若无法滤过,静置分层后取上清液,此滤液或上清液为试液 A。

6.3.1.3.2 移取 5.00 mL 试液 A,置于 250 mL 锥形瓶中。

6.3.1.3.3 加入 5 mL 硝酸溶液,煮沸 1 min。冷却至室温后加入 25.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液。

6.3.1.3.4 滴加三至四滴百里香酚蓝指示液,用氨水溶液中和至试液从红色到黄色,煮沸 2 min。

6.3.1.3.5 冷却后加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和两滴二甲酚橙指示液,加入 50 mL 水,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。

6.3.1.3.6 同时做空白试验。

6.3.1.4 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:

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

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),($V_1=5$);

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

6.3.1.5 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%。

6.3.2 硫酸铜标准溶液滴定法

6.3.2.1 方法提要

用盐酸将试样解聚,在 pH 值约为 4.3 时加入过量的乙二胺四乙酸二钠溶液使其与铝离子络合,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乙二胺四乙酸二钠溶液。

6.3.2.2 试剂或材料

6.3.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.3.2.2.2 氨水溶液:1+1。

6.3.2.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 4.3$)。称取 42.3 g 无水乙酸钠溶于水,加 80 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

6.3.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.02 mol/L。

6.3.2.2.5 氧化铝标准溶液:0.001 g/mL Al_2O_3 ,同 6.3.1.2.6。

6.3.2.2.6 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4)$ 约 0.02 mol/L。按下列步骤制备:

- a) 配制:称取 5.0 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加两滴硫酸溶液(1+1),用水稀释至 1 000 mL,摇匀。
- b) 标定:移取 25.00 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 1 mL 盐酸溶液,按 6.3.2.3.3~6.3.2.3.5 进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V_0 。再移取 25.00 mL EDTA 溶液和 15.00 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 1 mL 盐酸溶液,按 6.3.2.3.3~6.3.2.3.5 进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V 。
- c) 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:

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

式中:

ρ ——氧化铝标准溶液的质量浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL),($\rho=0.001$);

V_1 ——氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL),($V_1=15$);

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);

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

6.3.2.2.7 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示液:将 0.3 g PAN 溶于 100 mL 95%乙醇中。

6.3.2.2.8 甲基橙指示液:1 g/L。

6.3.2.3 分析步骤

6.3.2.3.1 移取 5.00 mL 试液 A(6.3.1.3),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 水。

6.3.2.3.2 加入 1 mL 盐酸溶液,煮沸 1 min。加入 25.00 mL EDTA 溶液。

6.3.2.3.3 滴加两滴甲基橙指示液,用氨水溶液将试液颜色调至红色突变为黄色,再加两滴盐酸溶液。

6.3.2.3.4 加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸 2 min。

6.3.2.3.5 加四至五滴 PAN 指示液,稍冷(约 95 ℃)以硫酸铜标准滴定溶液滴定至紫红色即为终点。

6.3.2.3.6 同时做空白试验。

6.3.2.4 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:

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

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(6.3.1.3)的体积的数值,单位为毫升(mL),($V_1=5$);

V_A ——试液 A(6.3.1.3)的总体积的数值,单位为毫升(mL),($V_A=250$)。

6.3.2.5 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%。

6.4 密度的测定

按 GB/T 22594—2018 中密度计法进行测定。

6.5 盐基度的测定

6.5.1 方法提要

在试样中加入过量盐酸溶液,以氟化钾掩蔽铝离子和铁离子,以氢氧化钠标准滴定溶液回滴过量的盐酸溶液。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 无二氧化碳的水。

6.5.2.2 氟化钾溶液:250/L。称取 250 g 氟化钾,用 200 mL 无二氧化碳的水溶解后,稀释至 1 000 mL。加入两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。

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

6.5.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.25 mol/L。

6.5.2.5 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

6.5.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A(6.3.1.3),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 20.00 mL 盐酸标准溶液,盖上表面皿,置于电炉上加热至沸腾后立即取下,冷却至室温。加入 20 mL 氟化钾溶液,摇匀后加入五滴酚酞指示液,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。

6.5.4 结果计算

盐基度以 w_2 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

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

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 ——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 $[\text{OH}^-]$ 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 ——6.3 测得的氧化铝的质量分数, %;

V_1 ——移取试液 A(6.3.1.3)的体积的数值,单位为毫升(mL),($V_1=25$);

V_A ——试液 A(6.3.1.3)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),($M_2=101.96$)。

6.5.5 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 %。

6.6 不溶物含量的测定

6.6.1 方法提要

将试样用酸性水溶解,经过滤、洗涤、烘干至恒量,计算出不溶物的含量。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 稀释用水:在 1 000 mL 水中边搅拌边加入约 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)。

6.6.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 电热恒温干燥箱:10 °C~200 °C。

6.6.3.2 G4 坩埚式过滤器。

6.6.4 分析步骤

称取约 10 g 液体试样或约 3 g 固体试样,精确至 0.2 mg,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。使用恒量的 G4 坩埚式过滤器进行抽滤。

用水洗至无 Cl⁻后(用硝酸银溶液检验),将 G4 坩埚式过滤器同滤渣于 100 °C~105 °C 干燥至恒量。

6.6.5 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:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——滤渣和 G4 坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——G4 坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.6.6 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 0.03%,固体样品不大于 0.1%。

6.7 pH 值的测定

按 GB/T 22592 进行测定。

6.8 铁含量的测定

6.8.1 分光光度法(仲裁法)

6.8.1.1 方法提要

用盐酸将试样解聚,在 pH 值为 2~9 时,用抗坏血酸将试液中的 Fe³⁺ 还原成 Fe²⁺,Fe²⁺ 与 1,10-菲啰啉生成橙红色络合物,在 510 nm 波长处测定其吸光度。

6.8.1.2 试剂或材料

6.8.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.8.1.2.2 氨水溶液:1+1。

6.8.1.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5。

6.8.1.2.4 抗坏血酸溶液:100 g/L。此溶液有效期为一周。

6.8.1.2.5 1,10-菲罗啉溶液:2 g/L。

6.8.1.2.6 铁标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.8.1.2.7 铁标准溶液:20 μg/mL。移取 50.0 mL 铁标准贮备溶液至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.8.1.3 仪器设备

分光光度计:配有 1 cm 的吸收池。

6.8.1.4 校准曲线的绘制

6.8.1.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于六个 100 mL 容量瓶中,对应的铁的质量浓度分别是 0.00 μg/mL、0.40 μg/mL、0.60 μg/mL、0.80 μg/mL、1.00 μg/mL。

6.8.1.4.2 向容量瓶中分别加水至体积约为 60 mL,用盐酸溶液调至 pH 约为 2(用精密 pH 试纸检查)。加入 1 mL 抗坏血酸溶液、20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 15 min。

6.8.1.4.3 用分光光度计于 510 nm 吸收波长处,以空白为参比,用 1 cm 吸收池测定各溶液的吸光度。

6.8.1.4.4 以测得的吸光度为纵坐标,对应的铁离子质量浓度(μg/mL)为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.8.1.5 分析步骤

移取 15.00 mL 试液 A(6.3.1.3),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 mL 盐酸溶液,加水至体积约为 30 mL,置于电加热板上微沸约 15 min,避免煮干。冷却后,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为试液 B。移取 2 mL 试液 B 置于 100 mL 容量瓶中,按 6.8.1.4.2~6.8.1.4.3 进行测定。

6.8.1.6 结果计算

铁含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_4 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m V_1 / V_A \cdot V_2 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

 ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的铁的质量浓度数值,单位为微克每毫升(μg/mL); 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); V_1 ——移取试液 A(6.3.1.3)的体积的数值,单位为毫升(mL),($V_1=15$); V_A ——试液 A(6.3.1.3)的总体积的数值,单位为毫升(mL),($V_A=250$); V_2 ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL),($V_2=2$); V_B ——试液 B 的总体积的数值,单位为毫升(mL),($V_B=100$)。

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 0.02%。

6.8.2 滴定法

6.8.2.1 方法提要

用盐酸将试样解聚,在 pH 值为 1.5~2.0,温度为 60℃~70℃的条件下,用过硫酸铵将 Fe^{2+} 转化成 Fe^{3+} ,以磺基水杨酸钠为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定。

6.8.2.2 试剂或材料

6.8.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.8.2.2.2 氨水溶液:1+1。

6.8.2.2.3 过硫酸铵溶液:10 g/L,此溶液现用现配。

6.8.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.025 mol/L。

6.8.2.2.5 磺基水杨酸钠指示液:100 g/L。

6.8.2.3 分析步骤

移取 20.00 mL 试液 A(6.3.1.3),置于 250 mL 锥形瓶中。加入 2 mL 盐酸溶液,煮沸 1 min,用氨水溶液或盐酸溶液调节 pH 值至 1.5~2.0(使用精密 pH 试纸检查)。加入 2 mL 过硫酸铵溶液,将溶液加热至 70℃,加入 10 滴磺基水杨酸钠指示液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液缓慢滴定紫红色消失即为终点。

6.8.2.4 结果计算

铁含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_4 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

V ——试样消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二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 ——铁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),($M=55.85$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 A(6.3.1.3)的体积的数值,单位为毫升(mL),($V_1=20$);

V_A ——试液 A(6.3.1.3)的总体积的数值,单位为毫升(mL),($V_A=250$)。

6.8.2.5 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不大于 0.05%。

6.9 氨氮含量的测定

6.9.1 方法提要

将样品进行预蒸馏,吸收完全的氨氮与纳氏试剂反应生成红棕色络合物,于 420 nm 波长处测定其吸光度。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 无氨的水。

6.9.2.2 轻质氧化镁(MgO):不含碳酸盐,在 500 °C 下加热氧化镁 10 min 以上除去碳酸盐。

6.9.2.3 硼酸溶液:20 g/L。

6.9.2.4 盐酸溶液:1+10。

6.9.2.5 氢氧化钠溶液:40 g/L。

6.9.2.6 酒石酸钾钠溶液:500 g/L。

6.9.2.7 氨氮标准贮备溶液:0.1 mg/mL(以 N 计)。称取 0.382 g 于 100 °C~105 °C 干燥至恒量的氯化铵,加水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,用无氨的水稀释至刻度。

6.9.2.8 氨氮标准溶液:10 µg/mL(以 N 计)。移取 25 mL 氨氮标准贮备溶液置于 250 mL 容量瓶中,用无氨的水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.9.2.9 纳氏试剂。

6.9.2.10 溴百里酚蓝指示液:1 g/L。

6.9.3 仪器、设备

6.9.3.1 分光光度计:配有 2 cm 的吸收池。

6.9.3.2 氨氮蒸馏装置:由 500 mL 凯氏烧瓶或蒸馏烧瓶、氮球、直形冷凝管和导管组成,冷凝管末端可连接一段适当长度的滴管,使出口尖端浸入吸收液液面下。

6.9.4 校准曲线的绘制

6.9.4.1 分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氨氮标准溶液置于八个 50 mL 比色管中,对应的氨氮质量分别为 0.0 µg、5.0 µg、10.0 µg、20.0 µg、40.0 µg、60.0 µg、80.0 µg 和 100 µg,加入无氨的水至刻度。

6.9.4.2 加入 1.00 mL 酒石酸钾钠溶液,摇匀,再加入 2.00 mL 纳氏试剂,摇匀,静置 10 min。

6.9.4.3 用分光光度计在 420 nm 波长处,以空白为参比用 2 cm 吸收池测定其吸光度。

6.9.4.4 以测得的吸光度为纵坐标,对应的氨氮的质量(µg)为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.9.5 分析步骤

6.9.5.1 试液的制备

称取 3 g 液体试样或 1 g 固体试样,精确至 0.2 mg,用无氨的水溶解后转移至 250 mL 容量瓶并稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液 C。

6.9.5.2 预蒸馏

在接收瓶中加入 50 mL 硼酸溶液,确保冷凝管出口在硼酸溶液液面之下。将试液 C 全部转移至烧瓶中,加两至三滴溴百里酚蓝指示液,用氢氧化钠溶液和盐酸溶液调节 pH 值至 6.0(呈黄色)~7.4(呈蓝色)之间。加入 0.25 g 轻质氧化镁及数粒玻璃珠,立即连接氮球和冷凝管。加热蒸馏,待馏出液约至 200 mL 时,停止蒸馏,加水定容至 250 mL。

6.9.5.3 测定

移取 20.00 mL 馏出液置于 50 mL 比色管中,加入无氨的水至刻度,按 6.9.4.2~6.9.4.3 进行测定。

6.9.6 结果计算

氨氮含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 V / V_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m ——由校准曲线查得或回归方程计算出的氨氮的质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——移取馏出液的体积的数值,单位为毫升(mL),($V=20$);

V_0 ——馏出液的总体积的数值,单位为毫升(mL),($V_0=250$)。

6.10 砷含量的测定

6.10.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

6.10.1.1 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,再加入硼氢化钾使其还原生成砷化氢,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特征波长的荧光,其荧光强度在固定条件下与砷含量成正比,与标准系列比较定量。

6.10.1.2 试剂或材料

6.10.1.2.1 盐酸。

6.10.1.2.2 盐酸溶液:1+19。

6.10.1.2.3 硝酸溶液:1+1。

6.10.1.2.4 硝酸溶液:1+4。

6.10.1.2.5 硫脲溶液:50 g/L。

6.10.1.2.6 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。

6.10.1.2.7 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.10.1.2.8 砷标准溶液:1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。移取 10.00 mL 此溶液置于 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。此溶液现用现配。

6.10.1.3 仪器、设备

6.10.1.3.1 原子荧光光度计。

6.10.1.3.2 砷空心阴极灯。

6.10.1.4 校准曲线的绘制

6.10.1.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液于六个 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸,20 mL 硫脲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、20 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、40 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、60 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、80 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

6.10.1.4.2 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。

6.10.1.4.3 以测得的荧光值为纵坐标,相对应的砷的质量浓度($\mu\text{g}/\text{L}$)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、待测样品溶液和硼氢化钾溶液间的酸碱度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸度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。

6.10.1.5 分析步骤

6.10.1.5.1 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。

6.10.1.5.2 测定

称取约 3 g 液体试样或 1 g 固体试样，精确至 0.2 mg，置于 100 mL 烧杯中。加入 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，10 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 6.10.1.4.2 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的质量浓度。

6.10.1.6 结果计算

砷含量以质量分数 w_6 计，数值以 % 表示，按式(10)计算：

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

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)。

6.10.1.7 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 %。

6.10.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法

6.10.2.1 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。

6.10.2.2 试剂或材料

6.10.2.2.1 无砷锌粒。

6.10.2.2.2 三氯甲烷。

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

6.10.2.2.4 碘化钾溶液：150 g/L。

6.10.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液。

6.10.2.2.6 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。

6.10.2.2.7 砷标准贮备液：0.1 mg/mL。

6.10.2.2.8 砷标准溶液：1 μg/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。移取 10.00 mL 此溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液现用现配。

6.10.2.2.9 乙酸铅棉花。

6.10.2.3 仪器、设备

6.10.2.3.1 分光光度计：带有 1 cm 吸收池。

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

6.10.2.4 校准曲线的绘制

6.10.2.4.1 在六个干燥的定砷瓶中，依次加入 0.00 mL(空白)、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。

6.10.2.4.2 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(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。

6.10.2.4.3 用分光光度计在波长 510 nm 处，用 1 cm 吸收池，以试剂空白为参比测定吸光度。

6.10.2.4.4 以测得的吸光度为纵坐标，对应的砷的质量(μg)为横坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

6.10.2.5 测定

称取约 10 g 液体试样或 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)后转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试液 D。

移取 10 mL 试液 D 于定砷瓶中，加入 20 mL 水。然后按校准曲线的绘制中的 6.10.2.4.2~6.10.2.4.3 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。

6.10.2.6 结果计算

砷含量以质量分数 w_6 计，数值以 % 表示，按式(11)计算：

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 V / V_D} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中：

m ——从校准曲线上查得或回归方程计算出的砷的质量的数值，单位为微克(μg)；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

V ——移取试液 D 的体积的数值，单位为毫升(mL)，($V=10$)；

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

6.10.2.7 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%。

6.11 铅含量的测定

6.11.1 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。

6.11.2 试剂或材料

6.11.2.1 4-甲基-2 戊酮。

6.11.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.11.2.3 盐酸溶液:1+3。

6.11.2.4 氨水溶液:1+1。

6.11.2.5 柠檬酸铵溶液:500 g/L。

6.11.2.6 硫酸铵溶液:400 g/L。

6.11.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液:100 g/L。

6.11.2.8 铅标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.11.2.9 铅标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$ 。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。

6.11.3 仪器、设备

6.11.3.1 原子吸收光谱仪。

6.11.3.2 铅空心阴极灯。

6.11.4 校准曲线的绘制

6.11.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 铅标准溶液于 100 mL 烧杯中,加入 2 mL 硝酸溶液,加水至约 30 mL。此系列溶液中铅含量分别为 0 μg 、25 μg 、50 μg 、75 μg 。

6.11.4.2 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(使用 pH 计)。然后加入 3 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液并混合均匀。

6.11.4.3 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。

6.11.4.4 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。

6.11.4.5 以测得的吸光度为纵坐标,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。

6.11.5 测定

6.11.5.1 称取约 3 g 液体试样或 1 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 水、2 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温。

6.11.5.2 按 6.11.4.2~6.11.4.3 操作制得萃取液(此萃取液也用于镉含量的测定)。

6.11.5.3 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。

6.11.6 结果计算

铅含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中：
m ——由校准曲线查得或回归方程计算出的铅的质量的数值，单位为微克(μg)；
*m*₀ ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

6.11.7 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 1%。

6.12 镉含量的测定

6.12.1 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 处测定镉原子的吸光度，求出镉含量。

6.12.2 试剂或材料

- 6.12.2.1 4-甲基-2 戊酮。
- 6.12.2.2 氨水溶液：1+1。
- 6.12.2.3 盐酸溶液：1+3。
- 6.12.2.4 硝酸溶液：1+1。
- 6.12.2.5 柠檬酸铵溶液：500 g/L。
- 6.12.2.6 硫酸铵溶液：400 g/L。
- 6.12.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液：100 g/L。
- 6.12.2.8 镉标准贮备溶液：0.1 mg/mL 。
- 6.12.2.9 镉标准溶液：5 μg/mL。移取 5.00 mL 镉标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。

6.12.3 仪器、设备

- 6.12.3.1 原子吸收光谱仪。
- 6.12.3.2 镉空心阴极灯。

6.12.4 校准曲线的绘制

- 6.12.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、0.50 mL、1.50 mL、2.50 mL 镉标准溶液于 100 mL 烧杯中，加入 1 mL 硝酸溶液，加水至约 30 mL。此系列溶液中镉含量分别为 0.00 μg、2.50 μg、7.50 μg、12.50 μg。
- 6.12.4.2 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（使用 pH 计）。加入 3 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液并混合均匀。
- 6.12.4.3 静置 3 min 后，转移至分液漏斗中。加入 25.00 mL 4-甲基-2 戊酮，混摇 2 min 后静置 10 min 后，弃去水层，将萃取液收集于干燥的容量瓶中。
- 6.12.4.4 在仪器最佳工作条件下，于 228.8 nm 波长处，以试剂空白调零，测其吸光度。

注：铅、镉可做混合标准溶液。

- 6.12.4.5 以测得的吸光度为纵坐标，相对应的镉的质量(μg)为横坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

6.12.5 分析步骤

将 6.11.5.2 制得的萃取液在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以试剂空白调零,测其吸光度。

6.12.6 结果计算

镉含量以质量分数 w_8 计,数值以 % 表示,按式(13)计算:

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

m ——由校准曲线查得或回归方程计算出的镉的质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.12.7 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 %。

6.13 汞含量的测定

6.13.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

6.13.1.1 方法原理

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,由氩气载入原子器中,在汞空心阴极灯的发射光激发下产生特征波长的荧光,其荧光强度与汞含量成正比,与标准系列比较定量。

6.13.1.2 试剂或材料

6.13.1.2.1 盐酸。

6.13.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.13.1.2.3 硝酸溶液:1+4。

6.13.1.2.4 盐酸溶液:1+19。

6.13.1.2.5 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。

6.13.1.2.6 汞标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.13.1.2.7 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。

6.13.1.2.8 汞标准溶液 II :0.05 $\mu\text{g/mL}$ 。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 硝酸,用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

6.13.1.3 仪器、设备

6.13.1.3.1 原子荧光光度计。

6.13.1.3.2 汞空心阴极灯。

6.13.1.4 校准曲线的绘制

6.13.1.4.1 分别移取 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 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$ 、3 $\mu\text{g/L}$ 、4 $\mu\text{g/L}$ 、5 $\mu\text{g/L}$ 。

6.13.1.4.2 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。

6.13.1.4.3 以测得的荧光值为纵坐标,相对应的汞的质量浓度($\mu\text{g/L}$)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、待测样品溶液和硼氢化钾溶液间的酸碱度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸度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。

6.13.1.5 分析步骤

6.13.1.5.1 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。

6.13.1.5.2 测定

称取约 1 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 6.13.1.4.2 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含量。

6.13.1.6 结果计算

汞含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(14)计算:

$$w_9 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的汞的质量浓度的数值,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)。

6.13.1.7 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%。

6.13.2 冷原子吸收法

6.13.2.1 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含量。

6.13.2.2 试剂或材料

6.13.2.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.13.2.2.2 硫酸-硝酸混合液:将 200 mL 硫酸缓慢加入 300 mL 水中,同时不断搅拌。冷却后加入 100 mL 硝酸,混匀。

6.13.2.2.3 高锰酸钾溶液:10 g/L。

6.13.2.2.4 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

6.13.2.2.5 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(1+11)及适量水使其溶解,稀释至 100 mL,混匀。

6.13.2.2.6 汞标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.13.2.2.7 汞标准溶液:0.1 μg/mL。移取汞标准贮备液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硫酸溶液(1+71)稀释至刻度。移取 10.00 mL 上述溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸溶液稀释至刻度。

6.13.2.3 仪器、设备

6.13.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

6.13.2.3.2 汞空心阴极灯。

6.13.2.4 校准曲线的绘制

6.13.2.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 汞标准溶液于六个 50 mL 容量瓶中,加水至 40 mL。

6.13.2.4.2 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。

6.13.2.4.3 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汽为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生汞蒸汽的吸光度。

6.13.2.4.4 以测得的吸光度为纵坐标,对应的汞的质量(μg)为横坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

6.13.2.5 测定

称取约 1 g 液体试样或 0.35 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 水、1 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷却至室温后转移至 50 mL 容量瓶中。以下按 6.13.2.4.2~6.13.2.4.3 进行操作,测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸汽的吸光度。

6.13.2.6 结果计算

汞含量以质量分数 w_9 计,数值以 % 表示,按式(15)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

m ——由校准曲线查得或回归方程计算出的汞的质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.13.2.7 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 %。

6.14 铬含量的测定

6.14.1 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。

6.14.2 试剂与材料

6.14.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.14.2.2 铬标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.14.2.3 铬标准溶液:1 μg/mL。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。此溶液现用现配。

6.14.3 仪器、设备

6.14.3.1 原子吸收光谱仪:配有铬空心阴极灯。

6.14.3.2 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。

6.14.3.3 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。

6.14.3.4 发热炉:石墨或耐高温金属制。

6.14.4 校准曲线的绘制

6.14.4.1 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。

6.14.4.2 在仪器的最佳工作条件下,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。

6.14.4.3 以测得的吸光度为纵坐标,对应的铬的质量浓度(μg/L)为横坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

6.14.5 测定

称取约 3 g 液体试液或 1 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中。加入 10 mL 水,1 mL 硝酸溶液,盖上表面皿置于电炉上煮沸约 1 min。冷却后转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液为试液 E。

移取 5.00 mL 试液 E(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤)置于 50 mL 容量瓶中,按 6.14.4.2 进行测定,由校准曲线查得或回归方程计算出铬的质量浓度。

6.14.6 结果计算

铬含量以质量分数 w_{10} 计,数值以 % 表示,按式(16)计算:

$$w_{10} = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m V_1 / V_E} \times 100 \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中:

- ρ ——校准曲线查得或回归方程计算出的铬的质量浓度的数值,单位为微克每升(μg/L);
- V ——测定时试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 E 的体积的数值,单位为毫升(mL),($V_1=5$);

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

6.14.7 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 5%。

7 检验规则

7.1 本文件规定的全部指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每三个月至少进行一次型式检验。其中氧化铝、密度、盐基度、不溶物、pH 值、铁、氨氮指标项目应逐批检验。若需判定每批聚氯化铝的混凝性能,见附录 A。

7.2 每批产品液体应不超过 300 t,固体应不超过 100 t。

7.3 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

7.4 桶装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、干燥的塑料瓶中,密封。

7.5 贮罐装液体产品采样时,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、干燥的塑料瓶中,密封。

7.6 袋装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、干燥的塑料瓶中,密封。

7.7 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,另一瓶保存三个月备查。

7.8 检验结果按 GB/T 8170—2008 规定的修约值比较法进行判定。

7.9 检验结果中如果指标不符合本文件要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果即使只有一项不符合本文件要求时,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,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、净质量、批号和生产日期、本文件编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。根据需要按 GB/T 21621 和 GB 6944 对液体产品进行腐蚀性判定并依据判定结果确定对应的标志。

8.2 聚氯化铝固体产品采用双层包装。内包装采用聚乙烯薄膜袋,外包装的性能和检验方法应符合 GB/T 8946 规定的塑料编织袋或依客户要求而定。

8.3 聚氯化铝液体产品采用聚乙烯塑料桶包装或耐酸贮罐装运。

8.4 聚氯化铝在运输过程中应有遮盖物,避免雨淋、受潮。

8.5 聚氯化铝应贮存在通风干燥的库房内。液体产品贮存期为六个月,固体产品贮存期为一年。

附 录 A
(资料性)
混凝性能的判定

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,根据试验结果判定混凝性能。

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置

称取适量聚氯化铝试样于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,使稀释液中 Al_2O_3 含量为 1.0 mg/mL~10 mg/mL。此溶液应当天配制。

A.3.2 试验程序的设置

A.3.2.1 混合阶段:设置转速为 500 r/min~1 000 r/min,时间为 30 s~60 s。

A.3.2.2 絮凝阶段:设置转速为 20 r/min~200 r/min,时间为 5 min~15 min。

A.3.2.3 沉淀阶段:时间为 10 min~30 min。

A.3.3 测定步骤

A.3.3.1 将原水注入六个型号相同的烧杯中,加至 1 000 mL 刻度处。根据水质移取不同体积聚氯化铝稀释液依次加入加药试管中。

A.3.3.2 启动混凝沉淀试验搅拌机,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.3.3.3 试验期间,同时观测并记录絮凝体形成时间、形状、大小和沉降状况。

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。