



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14591—2016  
代替 GB 14591—2006

---

## 水处理剂 聚合硫酸铁

Water treatment chemicals—Poly ferric sulfate

2016-12-13 发布

2017-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国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 要求 .....                                 | 1  |
| 5 试验方法 .....                               | 2  |
| 5.1 通则 .....                               | 2  |
| 5.2 全铁含量的测定 .....                          | 2  |
| 5.3 还原性物质(以 $\text{Fe}^{2+}$ 计)含量的测定 ..... | 4  |
| 5.4 盐基度的测定 .....                           | 5  |
| 5.5 pH 值的测定 .....                          | 6  |
| 5.6 密度的测定 .....                            | 6  |
| 5.7 不溶物含量的测定 .....                         | 7  |
| 5.8 砷含量的测定 .....                           | 7  |
| 5.9 铅、镉含量的测定 .....                         | 10 |
| 5.10 汞含量的测定 .....                          | 12 |
| 5.11 铬含量的测定 .....                          | 14 |
| 5.12 锌含量的测定 .....                          | 15 |
| 5.13 镍含量的测定 .....                          | 16 |
| 6 检验规则 .....                               | 17 |
| 7 标志、包装、运输和贮存 .....                        | 18 |
| 8 安全要求 .....                               | 18 |

## 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 14591—2006《水处理剂 聚合硫酸铁》，与 GB 14591—2006 相比主要技术变化如下：

- 标准性质由强制性修改为推荐性；
- 取消了产品分类，将Ⅰ类和Ⅱ类产品分别修改为一等品和合格品(见 4.2, 2006 年版的 4.2)；
- 修改了固体聚合硫酸铁产品的全铁指标由“ $\geq 19.0$ ”改为“ $\geq 19.5$ ”(见 4.2, 2006 年版的 4.2)；
- 修改了合格品的盐基度指标(见 4.2, 2006 年版的 4.2)；
- 修改了产品的 pH 指标(见 4.2, 2006 年版的 4.2)；
- 修改了不溶物指标(见 4.2, 2006 年版的 4.2)；
- 增加了合格品的砷、铅、镉、汞、铬等指标，并修改了一等品的砷、铅、镉、汞、铬等指标(见 4.2, 2006 年版的 4.2)；
- 增加了原子荧光光谱法测砷(见 5.8.1)，删除了砷斑法(见 2006 年版的 5.7.2)；
- 铅、镉含量的测定修改为萃取后火焰原子吸收光谱法(见 5.9, 2006 年版的 5.8、5.9)；
- 增加了原子荧光光谱法测汞(见 5.10.1)，删除了分光光度法(见 2006 年版的 5.10.1)；
- 修改了铬的测定方法(见 5.11, 2006 年版的 5.11)；
- 增加了原子吸收光谱法测锌和镍(见 5.12、5.13)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准起草单位：同济大学、河南爱尔福克化学股份有限公司、焦作市源波环保科技有限公司、重庆蓝洁广顺净水材料有限公司、淄博天水新材料有限公司、巩义市永兴生化材料有限公司、常州市清流水处理剂有限公司、河南瑞达净化材料有限公司、惠州市斯瑞尔环境化工有限公司、河南嵩山净水材料有限公司、深圳市长隆科技有限公司、山东三丰集团股份有限公司、河南科泰净水材料有限公司、浙江海翔净水科技有限公司、胜利油田新邦石油科技有限责任公司、北京海光仪器有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：李风亭、许志远、尚国利、邹鹏、杨爱国、曹克真、蒋晓春、张国帅、王权永、曹万印、尹显才、黄莹。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 14591—1993、GB 14591—2006。

# 水处理剂 聚合硫酸铁

**警告**——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。聚合硫酸铁液体产品具有腐蚀性,应小心谨慎操作。

## 1 范围

本标准规定了水处理剂聚合硫酸铁产品的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存及安全要求。

本标准适用于水处理剂聚合硫酸铁。该产品主要用于生活饮用水、工业用水、污水及污泥的处理。其中一等品可用于生活饮用水处理,其原料应为硫酸亚铁(I类产品)和工业硫酸。

## 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 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- 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 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
- 生活饮用水化学处理剂卫生安全评价规范(卫法监发〔2001〕161号)

## 3 分子式

示性式:  $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-n/2}]_m$ ,  $0 < n < 2$ ,  $m$  代表聚合硫酸铁的聚合度。

## 4 要求

- 4.1 外观:液体为红褐色液体;固体为淡黄色至黄褐色无定型固体。
- 4.2 聚合硫酸铁按相应的试验方法测定应符合表1要求。

表 1

| 项目   |        | 指标       |          |          |         | 试验方法 |
|--|--------|----------|----------|----------|---------|------|
|  |        | 一等品      |          | 合格品      |         |      |
|  |        | 液体       | 固体       | 液体       | 固体      |      |
| 全铁的质量分数 $w_1/\%$                                   | $\geq$ | 11.0     | 19.5     | 11.0     | 19.5    | 5.2  |
| 还原性物质(以 $\text{Fe}^{2+}$ 计)的质量分数 $w_2/\%$          | $\leq$ | 0.10     | 0.15     | 0.10     | 0.15    | 5.3  |
| 盐基度 $w_3/\%$                                       |        | 8.0~16.0 |          | 5.0~20.0 |         | 5.4  |
| pH 值(10 g/L 水溶液)                                   |        | 1.5~3.0  |          |          |         | 5.5  |
| 密度(20 °C)/(g/cm <sup>3</sup> )                     | $\geq$ | 1.45     | —        | 1.45     | —       | 5.6  |
| 不溶物的质量分数 $w_4/\%$                                  | $\leq$ | 0.2      | 0.4      | 0.3      | 0.6     | 5.7  |
| 砷(As)的质量分数 $w_5/\%$                                | $\leq$ | 0.000 1  | 0.000 2  | 0.000 5  | 0.001   | 5.8  |
| 铅(Pb)的质量分数 $w_6/\%$                                | $\leq$ | 0.000 2  | 0.000 4  | 0.001    | 0.002   | 5.9  |
| 镉(Cd)的质量分数 $w_7/\%$                                | $\leq$ | 0.000 05 | 0.000 1  | 0.000 25 | 0.000 5 | 5.9  |
| 汞(Hg)的质量分数 $w_8/\%$                                | $\leq$ | 0.000 01 | 0.000 02 | 0.000 05 | 0.000 1 | 5.10 |
| 铬(Cr)的质量分数 $w_9/\%$                                | $\leq$ | 0.000 5  | 0.001    | 0.002 5  | 0.005   | 5.11 |
| 锌(Zn)的质量分数 $w_{10}/\%$                             | $\leq$ | —        | —        | 0.005    | 0.01    | 5.12 |
| 镍(Ni)的质量分数 $w_{11}/\%$                             | $\leq$ | —        | —        | 0.005    | 0.01    | 5.13 |
| 本产品一等品用于生活饮用水处理时,应符合《生活饮用水化学处理剂卫生安全评价规范》及相关法律法规要求。 |        |          |          |          |         |      |

## 5 试验方法

### 5.1 通则

本标准所用试剂和水,除非另有规定,仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

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 之规定制备。

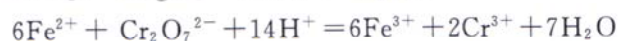
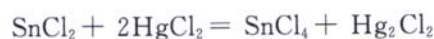
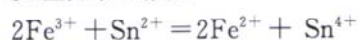
### 5.2 全铁含量的测定

#### 5.2.1 重铬酸钾法(仲裁法)

##### 5.2.1.1 方法提要

在酸性溶液中,用氯化亚锡将三价铁还原为二价铁,过量的氯化亚锡用氯化汞予以除去,然后用重铬酸钾标准溶液滴定。

反应方程式为:



## 5.2.1.2 试剂和材料

5.2.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.2.1.2.2 硫-磷混酸:量取 150 mL 硫酸,缓慢注入到含 500 mL 水的烧杯中,冷却后加入 150 mL 磷酸,再次冷却后用水稀释到 1 000 mL。

5.2.1.2.3 氯化亚锡溶液:250 g/L。称取 25.0 g 氯化亚锡置于干燥的烧杯中,加入 20 mL 盐酸,加热溶解,冷却后稀释到 100 mL,保存于棕色滴瓶中,加入高纯锡粒数颗。

5.2.1.2.4 氯化汞饱和溶液。

5.2.1.2.5 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约 0.1 mol/L。

5.2.1.2.6 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。

## 5.2.1.3 分析步骤

称取液体产品约 1.0 g 或固体产品约 0.5 g,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 锥形瓶中。加水 20 mL,加盐酸溶液 10 mL,加热至沸,趁热滴加氯化亚锡溶液至溶液黄色消失,再过量一滴,快速冷却。加氯化汞饱和溶液 5 mL,摇匀后静置 1 min,然后加水 50 mL,再加入硫-磷混酸 10 mL,二苯胺磺酸钠指示液四至五滴,立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色(30 s 不褪)即为终点。

## 5.2.1.4 结果计算

全铁含量以质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V$ ——滴定时消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,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)[ $M(Fe) = 55.85$ ];

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

## 5.2.1.5 允许差

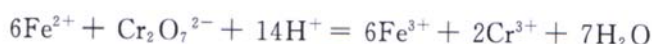
取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.1%。

## 5.2.2 三氯化钛法

## 5.2.2.1 方法提要

在酸性溶液中,滴加三氯化钛溶液将三价铁离子还原为二价,过量的三氯化钛进一步将钨酸钠指示液还原生成“钨蓝”,使溶液呈蓝色。在有铜盐的催化下,借助水中的溶解氧,氧化过量的三氯化钛,待溶液的蓝色消失后,即以二苯胺磺酸钠为指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



## 5.2.2.2 试剂和材料

5.2.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.2.2.2.2 硫酸溶液:1+1。

5.2.2.2.3 磷酸溶液:1+17。

5.2.2.2.4 硫酸铜溶液:5 g/L。

5.2.2.2.5 三氯化钛溶液:量取 25 mL 三氯化钛(15%)溶液,加入 20 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,混匀,贮于棕色瓶中,溶液上面加一薄层液体石蜡保护。该溶液可保存 15 d。

5.2.2.2.6 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约 0.1 mol/L。

5.2.2.2.7 钨酸钠指示液:25 g/L。称取 2.5 g 钨酸钠,溶解于 70 mL 水中,加入 7 mL 磷酸,冷却后用水稀释至 100 mL,混匀,贮于棕色瓶中。

5.2.2.2.8 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。

### 5.2.2.3 分析步骤

称取液体产品约 0.5 g 或固体产品约 0.2 g,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 锥形瓶中。加盐酸溶液 10 mL,硫酸溶液 10 mL 和钨酸钠指示液 1 mL。在不断摇动下,逐滴加入三氯化钛溶液直至溶液刚好出现蓝色为止。用水冲洗锥形瓶内壁,并稀释至约 150 mL,加入两滴硫酸铜溶液,充分摇动,待溶液的蓝色消失后,加入磷酸溶液 10 mL 和两滴二苯胺磺酸钠指示液,立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色(30 s 不褪)即为终点。

### 5.2.2.4 结果计算

全铁含量以质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots(2)$$

式中:

$V$ ——滴定试样时消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,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)[ $M(Fe) = 55.85$ ];

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

### 5.2.2.5 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应不大于 0.1%。

## 5.3 还原性物质(以 $Fe^{2+}$ 计)含量的测定

### 5.3.1 方法提要

在酸性溶液中用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



### 5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硫酸。

5.3.2.2 磷酸。

5.3.2.3 高锰酸钾标准滴定溶液(I): $c(1/5KMnO_4)$ 约 0.1 mol/L。

5.3.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液(II): $c(1/5KMnO_4)$ 约 0.01 mol/L。将高锰酸钾标准滴定溶液(I)稀释 10 倍,随用随配,当天使用。

### 5.3.3 仪器、设备

微量滴定管:10 mL。

### 5.3.4 分析步骤

称取液体产品约 5 g 或固体产品约 3 g,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 锥形瓶中。加水 150 mL,加入 4 mL 硫酸,4 mL 磷酸,摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液(Ⅱ)滴定至微红色(30 s 不褪)即为终点。同时做空白试验。

### 5.3.5 结果计算

还原性物质(以  $\text{Fe}^{2+}$  计)含量以质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0) cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$V$  ——滴定试样时消耗高锰酸钾标准滴定溶液(Ⅱ)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$  ——滴定空白时消耗高锰酸钾标准滴定溶液(Ⅱ)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$  ——高锰酸钾标准滴定溶液(Ⅱ)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)[ $M(\text{Fe})=55.85$ ];

$m$  ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

### 5.3.6 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应不大于 0.01%。

## 5.4 盐基度的测定

### 5.4.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液,再加氟化钾掩蔽铁,以酚酞为指示剂或以 pH 计指示终点,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,至溶液变为淡红色或 pH 为 8.3 即为终点。

### 5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 无二氧化碳的水。

5.4.2.2 盐酸溶液:1+3。

5.4.2.3 氢氧化钠溶液:4 g/L。

5.4.2.4 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,稀释到 1 000 mL。加入 2 mL 酚酞指示液并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液至微红色,滤去不溶物后贮存于塑料瓶中。

5.4.2.5 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.1 mol/L。

5.4.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.1 mol/L。

5.4.2.7 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

### 5.4.3 分析步骤

称取液体产品约 1.2 g 或固体产品 0.8 g,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 水及 25.00 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。冷却至室温后,全部转移到



400 mL 聚乙烯烧杯中,再加入氟化钾溶液 10 mL,摇匀,加 5 滴酚酞指示剂,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡红色(30 s 不褪色)为终点,或用 pH 计检测到 pH 为 8.3 即为终点。同时做空白试验。

5.4.4 结果计算

盐基度含量以  $w_3$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{\frac{(V_0 - V)cM_1}{M_1} \times 10^{-3}}{\frac{m(w_1 - w_2)}{\frac{M_2}{3}}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $V_0$  ——空白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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $w_1$  ——5.2 试样中全铁的质量分数;
- $w_2$  ——5.3 试样中还原性物质(以  $Fe^{2+}$  计)的质量分数;
- $M_1$  ——氢氧根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(OH^-) = 17.00$ ];
- $M_2$  ——铁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(Fe) = 55.85$ ];
- $m$  ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.4.5 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应不大于 0.5%。

5.5 pH 值的测定

5.5.1 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。

5.5.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g 试样,用水溶解后,全部转移至 100 mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀。  
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,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出 pH 值。

5.6 密度的测定

5.6.1 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,读出该液体的密度。

5.6.2 仪器、设备

- 5.6.2.1 密度计:刻度值为 0.001 g/cm<sup>3</sup>。
- 5.6.2.2 恒温水浴:可控制温度(20±0.1)℃。
- 5.6.2.3 温度计:分度值为 0.1 ℃。
- 5.6.2.4 量筒:250 mL~500 mL。

### 5.6.3 测定步骤

将聚合硫酸铁试样注入清洁、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(标有读弯月面上缘的刻度的密度计除外),即为20℃试样的密度。

## 5.7 不溶物含量的测定

### 5.7.1 方法提要

试样用含少量酸的水溶解后,经过滤、洗涤、烘干至恒量,求出不溶物含量。

### 5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 盐酸溶液:1+49。

5.7.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

### 5.7.3 仪器、设备

5.7.3.1 电热恒温干燥箱。

5.7.3.2 坩埚式过滤器:5 μm~15 μm。

### 5.7.4 分析步骤

称取约20 g液体试样或10 g固体试样,精确至0.01 g,置于250 mL烧杯中。加盐酸溶液至总体积约100 mL,搅拌溶解,在50℃~55℃水浴中保温15 min。用已于105℃~110℃干燥至恒量的坩埚式过滤器抽滤,用水洗涤残渣至滤液中不含氯离子(用硝酸银溶液检查)。将坩埚放入电热恒温干燥箱内,于105℃~110℃下烘至恒量。

### 5.7.5 结果计算

不溶物含量以质量分数 $w_4$ 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$m_1$ ——坩埚式过滤器连同不溶物的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——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)。

## 5.8 砷含量的测定

### 5.8.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

#### 5.8.1.1 方法原理

试样经加酸处理后,加入硫脲和抗坏血酸使五价砷还原为三价砷,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。

#### 5.8.1.2 试剂和材料

5.8.1.2.1 水:GB/T 6682,一级。

5.8.1.2.2 盐酸:优级纯。

5.8.1.2.3 硝酸:优级纯。

5.8.1.2.4 盐酸溶液:1+19。

5.8.1.2.5 硝酸溶液:1+1。

5.8.1.2.6 硝酸溶液:1+4。

5.8.1.2.7 硫脲-抗坏血酸溶液:称取 12.5 g 硫脲和 12.5 g 抗坏血酸于烧杯中,用水溶解并稀释至 250 mL,摇匀。该溶液含有硫脲 50 g/L,抗坏血酸 50 g/L。

5.8.1.2.8 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。

5.8.1.2.9 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

5.8.1.2.10 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。

### 5.8.1.3 仪器、设备

5.8.1.3.1 原子荧光光谱仪。

5.8.1.3.2 砷空心阴极灯。

### 5.8.1.4 分析步骤

#### 5.8.1.4.1 玻璃仪器的预清洗

试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。

#### 5.8.1.4.2 校准曲线的绘制

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,10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,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 μg/L、4 μg/L、8 μg/L、12 μg/L、16 μg/L。

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。

#### 5.8.1.4.3 样品的测定

称取约 1.0 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 10 mL 水、2 mL 硝酸溶液(1+1),盖上表面皿煮沸,待试样全部溶解后保持微沸约 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,10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按 5.8.1.4.2 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查得或计算出砷的质量浓度。

### 5.8.1.5 结果计算

砷含量以质量分数  $w_5$  计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$\rho$ ——由校准曲线或回归方程查得或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( $\text{mL}$ )( $V=100$ );

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克( $\text{g}$ )。

#### 5.8.1.6 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应不大于 0.000 05%。

### 5.8.2 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

#### 5.8.2.1 方法提要

在酸性介质中,用碘化钾和氯化亚锡将  $\text{As(V)}$  还原为  $\text{As(III)}$ ,加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使  $\text{As(III)}$  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 波长处测其吸光度。

#### 5.8.2.2 试剂和材料

5.8.2.2.1 无砷锌粒。

5.8.2.2.2 三氯甲烷。

5.8.2.2.3 硫酸溶液:1+1。

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

5.8.2.2.5 碘化钾溶液:150 g/L。

5.8.2.2.6 氯化亚锡盐酸溶液:20 g/L。

5.8.2.2.7 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。

5.8.2.2.8 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

5.8.2.2.9 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。

5.8.2.2.10 乙酸铅棉花。

#### 5.8.2.3 仪器、设备

5.8.2.3.1 定砷器:符合 GB/T 610—2008 中 4.2.2.3 之规定。

5.8.2.3.2 分光光度计。

#### 5.8.2.4 分析步骤

##### 5.8.2.4.1 校准曲线的绘制

5.8.2.4.1.1 在六个干燥的定砷瓶中,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。

5.8.2.4.1.2 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  $c(\text{H}^+)$  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。

5.8.2.4.1.3 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。

5.8.2.4.1.4 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。

5.8.2.4.2 测定

称取约 1.0 g 液体试样或 0.6 g 固体试样,精确至 0.2 mg,放入定砷器的锥形瓶中,加入 3 mL 硫酸溶液,用水稀释至 30 mL 后,然后按校准曲线的绘制中的 5.8.2.4.1.2 和 5.8.2.4.1.3 步骤操作,测定吸光度。由校准曲线或回归方程查得或计算出砷的质量。

5.8.2.5 结果计算

砷含量以质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$m$  ——由校准曲线或回归方程查得或计算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)。

5.8.2.6 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应不大于 0.000 05%。

5.9 铅、镉含量的测定

5.9.1 方法提要

在酸性介质中加入适量的碘化钾,试液中的  $Pb^{2+}$ 、 $Cd^{2+}$  与  $I^-$  形成稳定的离子缔合物,用 4-甲基-2-戊酮(MIBK)萃取,在选择的最佳测定条件下,用原子吸收光谱法测定铅、镉含量。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 水:GB/T 6682,一级。

5.9.2.2 盐酸:优级纯。

5.9.2.3 硝酸:优级纯。

5.9.2.4 4-甲基-2-戊酮(MIBK)。

5.9.2.5 盐酸溶液:1+1。

5.9.2.6 硝酸溶液:1+1。

5.9.2.7 抗坏血酸-碘化钾溶液:称取 25 g 抗坏血酸和 41.5 g 碘化钾,加水溶解,转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.2.8 铅标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

5.9.2.9 镉标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Cd。称取 0.100 0 g 金属镉(99.9%以上)置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。或按 GB/T 602 的规定进行配制。

5.9.2.10 铅、镉混合标准溶液:分别移取 10.00 mL 铅标准贮备液及 1.00 mL 镉标准贮备液置于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液每毫升含有 0.01 mg Pb、0.001 mg Cd,现用现配。

## 5.9.3 仪器、设备

5.9.3.1 原子吸收光谱仪。

5.9.3.2 铅空心阴极灯。

5.9.3.3 镉空心阴极灯。

## 5.9.4 分析步骤

## 5.9.4.1 校准曲线的绘制

按表 2 移取一定体积的铅、镉混合标准溶液置于 100 mL 烧杯中,以下按 5.9.4.2 的步骤操作。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铅的质量浓度或镉的质量浓度为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

表 2

|                      |      |      |      |      |
|----------------------|------|------|------|------|
| 移取铅、镉混合标准溶液的体积/mL    | 0.00 | 1.50 | 3.00 | 4.50 |
| MIBK 中 Pb 的浓度/(mg/L) | 0    | 1.50 | 3.00 | 4.50 |
| MIBK 中 Cd 的浓度/(mg/L) | 0    | 0.15 | 0.30 | 0.45 |

## 5.9.4.2 试液的测定

称取约 1 g 固体试样或 2 g 液体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水、10 mL 盐酸溶液,盖上表面皿煮沸,保持微沸至体积减少到约 10 mL,冷至室温后全部转移到 125 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 抗坏血酸-碘化钾溶液、10 mL 4-甲基-2-戊酮(MIBK),振摇 2 min,再静置 10 min 后,弃去水相,将萃取液收集于干燥的容量瓶中,在仪器的最佳工作条件下,分别于波长 217.0 nm 及 228.8 nm 处,以试剂空白调零,测定铅、镉的吸光度。

## 5.9.5 结果计算

5.9.5.1 铅含量以质量分数  $w_6$  计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

 $\rho$ ——根据试液的吸光度从校准曲线上查得铅的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L); $V$ ——试液(有机相)的体积的数值,单位为毫升(mL)( $V=10$ ); $m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。5.9.5.2 镉含量以质量分数  $w_7$  计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

 $\rho$ ——根据试液的吸光度从校准曲线上查得镉的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L); $V$ ——试液(有机相)的体积的数值,单位为毫升(mL)( $V=10$ ); $m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

## 5.9.6 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铅应不大于 0.000 05%,镉

应不大于 0.000 01%。

## 5.10 汞含量的测定

### 5.10.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

#### 5.10.1.1 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( $\text{KBH}_4$ )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。

#### 5.10.1.2 试剂和材料

5.10.1.2.1 水:GB/T 6682,一级。

5.10.1.2.2 硝酸:优级纯。

5.10.1.2.3 盐酸:优级纯。

5.10.1.2.4 重铬酸钾。

5.10.1.2.5 硝酸溶液:1+1。

5.10.1.2.6 硝酸溶液:1+4。

5.10.1.2.7 盐酸溶液:1+19。

5.10.1.2.8 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。

5.10.1.2.9 汞标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

5.10.1.2.10 汞标准溶液(I):5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。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。

5.10.1.2.11 汞标准溶液(II):0.05  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。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。

#### 5.10.1.3 仪器、设备

5.10.1.3.1 原子荧光光谱仪。

5.10.1.3.2 汞空心阴极灯。

#### 5.10.1.4 分析步骤

##### 5.10.1.4.1 玻璃仪器的预清洗

试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。

##### 5.10.1.4.2 校准曲线的绘制

分别取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 汞标准溶液(II)于五个 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  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、1  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、2  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、3  $\mu\text{g}/\text{L}$ 、4  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

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,相对应的汞的质量浓度( $\mu\text{g}/\text{L}$ )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。

#### 5.10.1.4.3 样品的测定

称取约 1.0 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 10 mL 水、2 mL 硝酸溶液(1+1),盖上表面皿煮沸,待试样全部溶解后保持微沸 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 5.10.1.4.2 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查得或计算出汞的质量浓度。

#### 5.10.1.5 结果计算

汞含量以质量分数  $w_8$  计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

$\rho$  ——由校准曲线或回归方程查得或计算出的试样中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)。

#### 5.10.1.6 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应不大于 0.000 005%。

### 5.10.2 冷原子吸收法

#### 5.10.2.1 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。

#### 5.10.2.2 试剂和材料

5.10.2.2.1 水:GB/T 6682,一级。

5.10.2.2.2 硫酸:优级纯。

5.10.2.2.3 硝酸:优级纯。

5.10.2.2.4 盐酸:优级纯。

5.10.2.2.5 高锰酸钾:优级纯。

5.10.2.2.6 硫酸-硝酸混合液:量取 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。

5.10.2.2.7 盐酸溶液:1+1。

5.10.2.2.8 硫酸溶液:1+71。

5.10.2.2.9 高锰酸钾溶液:10 g/L。

5.10.2.2.10 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.10.2.2.11 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 2 mL 盐酸溶液及适量水使其溶解,稀释至 100 mL,混匀。

5.10.2.2.12 汞标准贮备液:0.1 mg/mL。

5.10.2.2.13 汞标准溶液:0.001 mg/mL。移取汞标准贮备液 10.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸溶液稀释至刻度。此溶液现用现配。



5.10.2.3 仪器、设备

5.10.2.3.1 原子吸收光谱仪或测汞仪。

5.10.2.3.2 汞空心阴极灯。

5.10.2.4 分析步骤

5.10.2.4.1 试液的制备

称取约 5 g 固体试样或 10 g 液体试样,精确至 0.2 mg,置于 200 mL 烧杯中。加入适量的水,再加 20 mL 盐酸溶液,待试样全部溶解后,置于电炉上煮沸,保持微沸 5 min,取下,冷却。将溶液全部转移至 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。该溶液为试液 A,也可用于锌和镍的测定。

5.10.2.4.2 校准曲线的绘制

在五个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 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,用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的汞蒸气的吸光度。

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。

5.10.2.4.3 测定

移取 10.00 mL 试液 A 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。

5.10.2.5 结果计算

汞含量以质量分数  $w_s$  计,数值以 % 表示,按式(11)计算:

$$w_s = \frac{m \times 10^{-3}}{\frac{m_0 V_1}{V_A}} \times 100 \dots\dots\dots(11)$$

式中:

$m$  ——由校准曲线或回归方程查得或计算出的汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

$V_1$  ——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)( $V_A = 100$ );

$m_0$  ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.10.2.6 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应不大于 0.000 002%。

5.11 铬含量的测定

5.11.1 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。

5.11.2 试剂和材料

5.11.2.1 水:GB/T 6682,一级。

- 5.11.2.2 盐酸:优级纯。  
 5.11.2.3 硝酸:优级纯。  
 5.11.2.4 盐酸溶液:1+1。  
 5.11.2.5 硝酸溶液:1+1。  
 5.11.2.6 铬标准贮备溶液:0.1 mg/mL。  
 5.11.2.7 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。

### 5.11.3 仪器、设备

- 5.11.3.1 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。  
 5.11.3.2 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。  
 5.11.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。  
 5.11.3.4 铬空心阴极灯。

### 5.11.4 分析步骤

- 5.11.4.1 称取约 1 g 固体试样或 2 g 液体试样,精确至 0.2 mg,置于 200 mL 烧杯中,加少量水,加入 10.0 mL 盐酸溶液,加热煮沸至溶液清亮,保持微沸 5 min,取下冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,加水稀至刻度,摇匀。此为试样溶液。  
 5.11.4.2 按仪器说明书,把原子吸收光谱仪的各种条件调至最佳状态。采用标准加入法,使标准加入铬标准溶液后的浓度依次为 0.00 μg/L、20.00 μg/L、40.00 μg/L、60.00 μg/L,用微量进液装置将配好的试样溶液及加入的标准溶液一同注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 429.0 nm 处测其吸光度。  
 5.11.4.3 以加入标准溶液的铬的质量浓度(μg/L)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样溶液中铬的质量浓度。

### 5.11.5 结果计算

铬含量以质量分数  $w_9$  计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_9 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

- $\rho$ ——试样溶液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)( $V=100$ );  
 $m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

### 5.11.6 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应不大于 0.000 05%。

## 5.12 锌含量的测定

### 5.12.1 方法提要

使用火焰原子吸收光谱法,在 213.9 nm 波长处以空气-乙炔火焰测定锌原子的吸光度,求出锌含量。

### 5.12.2 试剂和材料

- 5.12.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.12.2.2 锌标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

5.12.2.3 锌标准溶液:10 μg/mL。移取 10.00 mL 锌标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

### 5.12.3 仪器、设备

5.12.3.1 原子吸收光谱仪。

5.12.3.2 锌空心阴极灯。

### 5.12.4 分析步骤

#### 5.12.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 锌标准溶液置于 5 个 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列锌含量为 0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L。仪器稳定后,在其最佳工作条件下,于 213.9 nm 波长处,以试剂空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的锌的质量浓度(mg/L)为横坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

#### 5.12.4.2 测定

移取 2.00 mL 试液 A 置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水、1.0 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸,保持微沸至体积减少到约 10 mL,冷至室温后全部转移到 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按 5.12.4.1 的步骤测定其吸光度。由校准曲线或回归方程查得或计算出试样中锌的质量浓度。

### 5.12.5 结果计算

锌含量以质量分数  $w_{10}$  计,数值以%表示,按式(13)计算:

$$w_{10} = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{\frac{m_0 V_1}{V_A}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

$\rho$  ——由校准曲线或回归方程查得或计算出的锌的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/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 A 的体积的数值,单位为毫升(mL)( $V_1=2$ );

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

### 5.12.6 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应不大于 0.000 5%。

## 5.13 镍含量的测定

### 5.13.1 方法提要

使用火焰原子吸收光谱法,在 232 nm 波长处以空气-乙炔火焰测定镍原子的吸光度,求出镍含量。

### 5.13.2 试剂和材料

5.13.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.13.2.2 镍标准贮备溶液:1 mg/mL。

5.13.2.3 镍标准溶液:50 μg/mL。移取 5.00 mL 镍标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

### 5.13.3 仪器、设备

5.13.3.1 原子吸收光谱仪。

5.13.3.2 镍空心阴极灯。

### 5.13.4 分析步骤

#### 5.13.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 镍标准溶液置于五个 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列镍含量为 0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L。仪器稳定后,在其最佳工作条件下,于 232 nm 波长处,以试剂空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镍的质量浓度(mg/L)为横坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

#### 5.13.4.2 测定

移取 10.00 mL 试液 A 置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水、1.0 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸,保持微沸至体积减少到约 10 mL,冷至室温后全部转移到 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按绘制校准曲线的步骤测定其吸光度。由校准曲线或回归方程查得或计算出试样中镍的质量浓度。

### 5.13.5 结果计算

镍含量以质量分数  $w_{11}$  计,数值以%表示,按式(14)计算:

$$w_{11} = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{\frac{m_0 V_1}{V_A}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

$\rho$  ——由校准曲线或回归方程查得或计算出的镍的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/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 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)( $V_A=100$ )。

### 5.13.6 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应不大于 0.000 5%。

## 6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定:

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,正常情况下每三个月至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时,应进行型式检验:

——更新关键设备和生产工艺;

——主要原料有变化;

- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大的差异；
- 合同规定。

b) 要求中规定的全铁含量、还原性物质(以  $\text{Fe}^{2+}$  计)、盐基度、pH 值、密度、不溶物等六项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 每批产品液体应不超过 200 t,固体应不超过 100 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

6.4 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、干燥的玻璃瓶或塑料瓶中,密封。

6.5 液体产品采样时应将采样器深入桶内三分之二处采样,采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶或塑料瓶中,密封。

6.6 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、干燥的玻璃瓶或塑料瓶中,密封。

6.7 在密封的样品瓶上贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、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。

6.8 按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

6.9 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。

## 7 标志、包装、运输和贮存

7.1 聚合硫酸铁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、等级、净质量、批号或生产日期、本标准编号、GB/T 191 规定的“怕雨”标志,液体产品的外包装上还需涂刷 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标志。

7.2 每批出厂的聚合硫酸铁都应附有质量检验报告及质量合格证。

7.3 固体聚合硫酸铁采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度应不小于 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)。包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外袋用缝包机缝口,缝线应整齐无漏缝。

7.4 液体聚合硫酸铁采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg、50 kg 或 200 kg(或依顾客要求而定)。采用双层桶盖,内盖扣严,外盖旋紧。用户需要时,液体聚合硫酸铁也可用贮罐车装运。

7.5 聚合硫酸铁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。

7.6 聚合硫酸铁应贮存在阴凉、通风干燥的库房内。液体产品贮存期 6 个月,固体产品贮存期 12 个月。

## 8 安全要求

聚合硫酸铁产品具有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应戴防护用具以避免身体直接接触。