



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

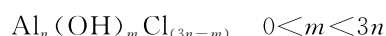
本标准规定了生活饮用水用聚氯化铝的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本标准适用于生活饮用水用聚氯化铝,该产品主要用于生活饮用水的净化。

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_2O_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/%	$\leq 0.000 1$	
铅(Pb)的质量分数/%	$\leq 0.000 5$	
镉(Cd)的质量分数/%	$\leq 0.000 1$	
汞(Hg)的质量分数/%	$\leq 0.000 01$	
铬(Cr)的质量分数/%	$\leq 0.000 5$	
表中所列产品的不溶物、铁、砷、铅、镉、汞、铬的质量分数均按 Al_2O_3 含量为 10.0% 计, Al_2O_3 含量 $> 10.0\%$ 时, 应按实际含量折算成 Al_2O_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(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:

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

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)($V_1=10$);

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:

- a) 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。
- b) 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)。
- 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:

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

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 °C)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:

$$w_2 = \frac{(V_0 - V)cM/M \times 10^{-3}}{m\omega_1 \frac{V_1}{V_A} \times \frac{2M_1/M_2}{M_1/3}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

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 $100\text{ }^\circ\text{C}\sim 105\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒量。

6.5.5 结果计算

不溶物含量以质量分数 ω_3 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

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,由氬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:

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

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($\mu\text{g}/\text{L}$)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($\mu\text{g}/\text{L}$);

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($\mu\text{g}/\text{L}$)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($\mu\text{g}/\text{L}$);

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(KBH₄)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 μg/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(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 ω_7 计,数值以%表示,按式(14)计算:

$$\omega_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V / V_c} \times 100 \dots\dots\dots(14)$$

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。
