



中华人民共和国国家标准

GB 4482—2006
代替 GB 4482—1993

水处理剂 氯化铁

Water treatment chemicals—Ferric chloride

2006-03-14 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准中Ⅰ类产品的技术指标为强制性的,Ⅱ类产品的技术指标和其他条文为推荐性的。

本标准与美国水处理协会 ANSI/AWWA B 407—1998《液体氯化铁》的一致性程度为非等效。

本标准与 AWWA B 407—1998 相比:

- 增加了固体产品;
- 根据用途分为Ⅰ类、Ⅱ类;
- 增加了重金属指标及测定方法。

本标准代替 GB 4482—1993《净水剂 氯化铁》。

本标准与 GB 4482—1993 相比主要变化如下:

- 取消了产品等级;
- 根据用途分为Ⅰ类、Ⅱ类;
- 增加了 Hg、Cr(VI)、Cd 三项指标。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、同济大学、深圳莱索思环境技术有限公司、惠州市斯瑞尔环境化工有限公司。

本标准主要起草人:朱传俊、李凤亭、邵宏谦、白莹、陈志传、郑嘉辉、丁德才。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会负责解释。

本标准于 1984 年首次发布,1993 年第一次修订。

水处理剂 氯化铁

1 范围

本标准规定了水处理剂氯化铁的技术要求、分类、试验方法、检验规则、标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂氯化铁。该产品主要用于饮用水及工业用水、废水和污水处理,其中饮用水用原料只能使用工业合成盐酸和氯气。

分子式:FeCl₃。

相对分子质量:162.21(按 2000 年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 610.2—1988 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

3 产品分类

水处理剂氯化铁分为两类:

I类:饮用水处理用。

II类:工业用水、废水和污水处理用。

4 技术要求

4.1 外观:固体应为褐色晶体;液体应为红褐色溶液。

4.2 水处理剂氯化铁应符合表 1 要求:

表 1

项 目		指 标			
		I 类		II 类	
		固体	液体	固体	液体
氯化铁(FeCl ₃)的质量分数/%	≥	96.0	41.0	93.0	38.0
氯化亚铁(FeCl ₂)的质量分数/%	≤	2.0	0.30	3.5	0.40
不溶物的质量分数/%	≤	1.5	0.50	3.0	0.50

表 1(续)

项 目	指 标			
	I 类		II 类	
	固体	液体	固体	液体
游离酸(以 HCl 计)的质量分数/% $\leq$	—	0.40	—	0.50
砷(As)的质量分数/% $\leq$	0.000 4	0.000 2		
铅(Pb)的质量分数/% $\leq$	0.002	0.001		
汞(Hg)的质量分数/% $\leq$	0.000 02	0.000 01		
镉(Cd)的质量分数/% $\leq$	0.000 2	0.000 1		
铬[Cr(VI)]的质量分数/% $\leq$	0.001	0.000 5		

5 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、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。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

5.1 氯化铁含量的测定

5.1.1 方法提要

在酸性条件下,三价铁和碘化钾反应析出碘,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.1.2.2 碘化钾。

5.1.2.3 硝酸银溶液:10 g/L。

5.1.2.4 盐酸溶液:1+1。

5.1.2.5 盐酸溶液:1+49。

5.1.2.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.1.2.7 可溶性淀粉指示剂:10 g/L。

5.1.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和坩埚式过滤器:滤板孔径为 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试验溶液的制备

从干燥洁净的称量瓶中称取约 10 g 固体试样或 20 g 液体试样(约 15 mL),精确至 0.001 g,移入 250 mL 烧杯中。对固体试样用盐酸溶液(1+1)分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试料的烧杯中,加盐酸溶液(1+49)至约 100 mL,搅拌溶解,在 $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ 水浴中保温 15 min;对液体试样用水分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试料的烧杯中,加水至约 100 mL,搅拌。用已于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的坩埚式过滤器抽滤,用水洗涤残渣至洗液中不含氯离子(用硝酸银溶液检查)。将滤液和洗涤液移入 500 mL 容量瓶中,加水至刻度、摇匀,即得试液 A。试液 A 用于氯化铁、氯化亚铁和镉含量的测定。

保留坩埚和残渣,用于不溶物含量的测定。

5.1.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试液 A,置于 250 mL 碘量瓶中,加 25 mL 水,3 g 碘化钾和 10 mL 盐酸溶液

(1+1),盖好瓶塞,水封,摇匀,于暗处放置 30 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入 3 mL 淀粉指示剂,继续滴定至蓝色消失。

同时作空白试验。

5.1.5 结果的表述

氯化铁含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{1\,000 \times m \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯化铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{FeCl}_3) = 162.2$];

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.1.6 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 0.2%。

5.2 氯化亚铁含量的测定

5.2.1 方法提要

在硫酸和磷酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.2.2.2 磷酸。

5.2.2.3 硫酸溶液:1+5。

5.2.2.4 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 约 0.05 mol/L,临用前配制。

用移液管移取 100 mL 按 GB/T 601 配制与标定的重铬酸钾标准滴定溶液,置于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

5.2.2.5 二苯胺磺酸钠指示剂:5 g/L。

5.2.3 分析步骤

移取 100 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硫酸溶液、5 mL 磷酸和 3~4 滴二苯胺磺酸钠指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至蓝紫色。

5.2.4 结果的表述

氯化亚铁含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{VcM}{1\,000 \times m \times 100/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值,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 ——氯化亚铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{FeCl}_2) = 126.8$];

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.2.5 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:固体产品为 0.1%;液体产品为 0.02%。

5.3 不溶物含量的测定

5.3.1 仪器、设备

电热恒温干燥箱:温度可控制为 105℃~110℃。

5.3.2 分析步骤

将 5.1.4.1 保留的坩埚和残渣放入电热恒温干燥箱内,在 105℃~110℃下干燥至恒重。

5.3.3 结果的表述

不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——坩埚式过滤器连同残渣的质量的数值,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)。

5.3.4 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:固体产品为 0.1%,液体产品为 0.02%。

5.4 游离酸含量的测定

5.4.1 方法提要

用氟化钠与铁离子反应生成六氟合铁(Ⅲ)酸三钠沉淀,过滤除去铁离子,取定量滤液,以酚酞作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.4.2.2 盐酸溶液:1+120。

5.4.2.3 氟化钠溶液:40 g/L。

称取 4 g 氟化钠置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,搅拌溶解,滴加 2 滴酚酞指示剂,若溶液无色,用氢氧化钠标准滴定溶液中和至刚呈微红色,若溶液呈红色,则用盐酸溶液滴至无色后,再用氢氧化钠标准滴定溶液中和至刚呈微红色。

5.4.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.5 酚酞指示剂:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

从干燥洁净的称量瓶中称取约 2 g 液体试样,精确至 0.01 g,在 100 mL 容量瓶瓶口放一小漏斗,将试料移入容量瓶中,用少量水分次洗涤称量瓶,洗液并入容量瓶中,慢慢加入 80 mL 氟化钠溶液,加水至刻度,摇匀,放置 10 min。用中速滤纸干过滤于干燥洁净的烧杯中,用移液管移取 50 mL 滤液于锥形瓶中,加入 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色(30 s 不褪)即为终点。

5.4.4 结果的表述

游离酸(以 HCl 计)含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{VcM}{1\,000 \times m \times 50/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V ——滴定时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);

M ——氯化氢的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{HCl})=36.46$];

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不大于 0.05%。

5.5 砷含量的测定

5.5.1 砷斑法

5.5.1.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡把 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,砷化氢气体与溴化汞试纸作用,产生棕黄色斑点,与标准色斑目视比较。

5.5.1.2 试剂和材料

5.5.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.5.1.2.2 无砷锌。

5.5.1.2.3 碘化钾。

5.5.1.2.4 硫酸溶液:1+1。

5.5.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

5.5.1.2.6 砷标准溶液:1 mL 溶液含 0.001 mg As。

将按 GB/T 602 配制的砷标准溶液稀释 100 倍。此溶液用时现配。

5.5.1.2.7 溴化汞试纸。

5.5.1.2.8 乙酸铅棉花。

5.5.1.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和定砷器:见 GB 610.1—1988 中的图。

5.5.1.4 分析步骤

称取液体试样 1.00 g,固体试样 0.50 g,精确至 0.01 g,置于定砷器的广口瓶中,加水至约 50 mL,使试料溶解。加入 4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾及 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。加入 3 g 无砷锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管塞紧于广口瓶上,于暗处放置 1 h。溴化汞试纸所呈黄色不得深于标准色。

标准色斑的制备:用移液管移取 2 mL 砷标准溶液,置于定砷器的广口瓶中,与试料同时同样处理。

5.5.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法(仲裁法)

5.5.2.1 方法提要

在酸性溶液中,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-三乙胺三氯甲烷溶液吸收,生成紫红色产物,用分光光度计测定。

5.5.2.2 试剂和材料

5.5.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.5.2.2.2 无砷锌。

5.5.2.2.3 碘化钾。

5.5.2.2.4 硫酸溶液:1+1。

5.5.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

5.5.2.2.6 砷标准溶液:1 mL 溶液含 0.001 mg As。(配制方法同 5.5.1.2.6)。

5.5.2.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺三氯甲烷溶液(以下称吸收液)。

5.5.2.2.8 乙酸铅棉花。

5.5.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和以下设备。

5.5.2.3.1 定砷器:见 GB/T 610.2—1988 中 5.3 的规定。

5.5.2.3.2 分光光度计:带有 1 cm 吸收池。

5.5.2.4 分析步骤

5.5.2.4.1 校准曲线的绘制

移取 0、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 砷标准溶液,置于 6 个定砷器中。各加水至约

50 mL,加入 4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾、2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。

移取 5 mL 吸收液注入吸收管内,迅速向定砷瓶中加入 3 g 无砷锌,立即连接好定砷器各部分,勿使漏气,在室温(室温低于 15℃时可用 25℃~30℃水浴温热)下反应 45 min 取下吸收管,用三氯甲烷将吸收液体积补充至 5 mL。

在 510 nm 波长下,用 1 cm 吸收池,以三氯甲烷对照,将分光光度计的吸光度调整到零,测量各溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以砷含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.5.2.4.2 测定

用干燥洁净的称量瓶称取 1.00 g 试样,精确至 0.01 g,置于定砷器中,加水至约 50 mL,使试料溶解。以下操作按 5.5.2.4.1 所述,从“加入 4 mL 硫酸溶液……”开始,到“测量各溶液的吸光度”为止。同时做试剂空白试验。

5.5.2.5 结果的表述

砷含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从校准曲线上查出砷质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测定的试剂空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出砷质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.5.2.6 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%。

5.6 铅含量的测定

5.6.1 原子吸收光谱法

5.6.1.1 方法提要

向试样中加入硝酸和过氧化氢,使试样中的铅溶解,然后用原子吸收光谱法测定铅含量。

5.6.1.2 试剂和材料

5.6.1.2.1 过氧化氢:优级纯。

5.6.1.2.2 硝酸(优级纯)溶液:1+1。

5.6.1.2.3 硝酸(优级纯)溶液:1+199。

5.6.1.2.4 铅标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

5.6.1.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg Pb。用移液管移取 5.0 mL 铅标准贮备液置于 500 mL 容量瓶中,加入硝酸溶液(5.6.1.2.2)至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.6.1.3 仪器、设备

所用玻璃仪器均用硝酸溶液浸泡过夜,再用水洗涤。

5.6.1.3.1 氩气钢瓶。

5.6.1.3.2 电加热原子吸收光谱仪。

5.6.1.3.3 铅空心阴极灯。

5.6.1.4 分析步骤

5.6.1.4.1 校准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.0、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL 铅标准溶液,置于六个 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5.6.1.2.2)至刻度,摇匀。

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。用试剂空白调零后,分别测定每个标

准溶液的吸光度。以铅含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

5.6.1.4.2 测定

称取 (3 ± 0.01) g 试样,转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水稀至刻度,摇匀。

移取 50.00 mL 上述溶液,置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL,小心加入 2.0 mL 过氧化氢和 2.0 mL 硝酸溶液(5.6.1.2.1),加热蒸发至溶液体积约为 40 mL,冷却至室温,将溶液完全转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用与测定标准溶液相同的工作条件测定其吸光度,同时做试剂空白试验。

5.6.1.5 结果的表述

铅含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 50/1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从校准曲线上查出的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测定的试剂空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.6.1.6 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 3%。

5.7 汞含量的测定

5.7.1 分光光度法

5.7.1.1 方法提要

将试样中的汞用高锰酸钾氧化成二价汞离子,过量的高锰酸钾用盐酸羟胺还原后,在硫酸酸性溶液中用双硫脲四氯化碳溶液来萃取。在萃取液中加入盐酸进行反萃取。然后将水层 pH 调节为 4.8~5.5,再用双硫脲四氯化碳溶液来萃取汞离子,过量的双硫脲用氨水洗净后,由分光光度法求出汞的含量。

5.7.1.2 试剂和材料

5.7.1.2.1 硝酸。

5.7.1.2.2 高锰酸钾。

5.7.1.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.7.1.2.4 盐酸溶液:1+1。

5.7.1.2.5 醋酸溶液:1+2。

5.7.1.2.6 氨水溶液:1+2。

5.7.1.2.7 氨水溶液:1+3。

5.7.1.2.8 氨性洗液:取氨水 1 mL,加水稀释到 100 mL,加 EDTA 溶液 5 mL。

5.7.1.2.9 盐酸羟氨溶液:200 g/L。

称取盐酸羟氨 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.1.2.10 尿素溶液:200 g/L。

称取尿素 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.1.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液:38 g/L。

称取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.1.2.12 精制四氯化碳:在四氯化碳中,加入约占其容量 5% 的硫酸摇匀,静置后弃去硫酸层。重复操作到硫酸层无色为止。然后水洗,加块状氧化钙摇混,将混有氧化钙的四氯化碳进行蒸馏,收集 77℃ 的馏分。

5.7.1.2.13 双硫脲四氯化碳贮备溶液:0.1 g/L。

取双硫脲(二苯基硫卡巴脲)放入玛瑙研钵,研成细粉。取其 100 mg,加 1 L 精制四氯化碳,静置 24 h 以上使双硫脲完全溶解。

5.7.1.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液:0.05 g/L。

移取双硫脲四氯化碳贮备溶液 100.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

5.7.1.2.15 双硫脲四氯化碳溶液:0.005 g/L。

移取双硫脲四氯化碳浓溶液 50.00 mL 于 500 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

5.7.1.2.16 酚红的乙醇溶液:1 g/L。

称取酚红 0.1 g,溶于 20 mL 95% 乙醇,用水稀释成 100 mL。

5.7.1.2.17 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mgHg。

5.7.1.2.18 汞标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mgHg。

移取汞标准贮备液 10.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.7.1.3 仪器、设备

5.7.1.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

5.7.1.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL 圆底磨口烧瓶,冷凝管长 30 cm 以上。

5.7.1.3.3 玻璃珠: $d=2\text{ mm}\sim 4\text{ mm}$ 。

5.7.1.3.4 分光光度计。

5.7.1.4 分析步骤

5.7.1.4.1 称取固体试样约 10 g,液体试样约 20 g,精确到 0.01 g,放入回流冷凝装置的烧瓶中,加水约 300 mL、硝酸 30 mL 和高锰酸钾 1 g,轻轻地摇匀,放入几粒玻璃珠后,装上回流冷凝管,缓缓加热,煮沸 1 h。

5.7.1.4.2 如果煮沸过程中高锰酸钾的颜色消失,可停止加热,待液温下降到约 40℃ 时加 1 g 高锰酸钾,继续加热煮沸。重复这项操作,直到高锰酸钾的颜色保持 10 min 以上不褪色为止。

5.7.1.4.3 煮沸 1 h 后放冷到液温约 40℃,取下烧瓶,滴加盐酸羟胺溶液直到高锰酸钾颜色消失为止。加几滴酚红的乙醇溶液,边冷却边加氨水溶液,直到溶液颜色变红为止。

5.7.1.4.4 加硫酸溶液 15 mL,盐酸羟胺溶液 5 mL 和尿素溶液 5 mL 后,移入 500 mL 分液漏斗。在其中加入双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL,剧烈振摇 2 min。静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗。

5.7.1.4.5 在水层中再加双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL,剧烈振摇 2 min。静置后,将四氯化碳层合并到刚才分离出来的四氯化碳层中,弃去水层。

5.7.1.4.6 给四氯化碳层加水 20 mL,通过振摇 30 s 来洗涤四氯化碳层,静置后,将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗,弃去水层。

5.7.1.4.7 给四氯化碳层加盐酸溶液 10 mL,振摇 30 s,静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗保留水层。

5.7.1.4.8 给四氯化碳层加盐酸溶液 5 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层,水层则合并到前项保留的水层中。

5.7.1.4.9 水层用水稀释到约 50 mL,加盐酸羟胺溶液 0.5 mL,醋酸溶液 2 mL,EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液(1+2)10 mL。

5.7.1.4.10 使用溴甲酚绿 pH 试纸,小心滴加氨水溶液(1+3)调节 pH 值到 4.8~5.5(不能超过 5.5),准确加入双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,剧烈振摇 2 min。静置后,将四氯化碳移入 50 mL 分液漏

斗,弃去水层。

5.7.1.4.11 给四氯化碳层加氨性洗液 10 mL,剧烈振摇 30 s,静置后只将水层用移液管或滴液管吸出。重复这项操作,直到氨性洗液成为无色为止。

5.7.1.4.12 将四氯化碳注入 10 mm 吸收池,测定波长 490 nm 处的吸光度。

5.7.1.4.13 校准曲线的绘制:依次移取汞标准溶液 1.00 mL~15.00 mL,放入 100 mL 分液漏斗,加盐酸溶液 15 mL,用水稀释至大约 50 mL。加盐酸羟氨溶液 0.5 mL,醋酸溶液 2 mL,EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液(1+2)10 mL。然后按照 5.7.1.4.10~5.7.1.4.12 同样操作,以汞含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。同时做空白试验。

5.7.1.5 分析结果的表述

汞含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——从标准曲线查出汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.7.1.6 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 0.000 005%。

5.7.2 冷原子吸收法

5.7.2.1 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。

5.7.2.2 试剂和材料

5.7.2.2.1 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(优级纯),混匀。

5.7.2.2.2 硫酸(优级纯)溶液:1+71。

5.7.2.2.3 盐酸(优级纯)溶液:1+11。

5.7.2.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

5.7.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.7.2.2.6 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。

5.7.2.2.7 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mgHg。

5.7.2.2.8 汞标准溶液:1 mL 含有 0.001 mgHg(配制方法同 5.7.1.2.18)。

5.7.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和以下设备。

5.7.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

5.7.2.3.2 汞空心阴极灯。

5.7.2.4 分析步骤

5.7.2.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0、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,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。

以汞含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.7.2.4.2 测定

移取 5 g 液体试样或 2.5 g 固体试样,精确至 0.01 g,溶解后移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,此为试液 B。

移取 10.00 mL 试液 B 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。

5.7.2.5 分析结果的表述

汞含量以质量分数 w_8 计,以数值%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m ——从标准曲线上查出汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.7.2.6 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 0.000 002%。

5.8 镉含量的测定

5.8.1 方法提要

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。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.8.2.2 镉标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mgCd。

称取 0.100 g 金属镉(99.9%以上),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 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。

5.8.2.3 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mgCd。

移取 10.00 mL 镉标准溶液贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.3 仪器、设备

一般实验用仪器和以下设备。

5.8.3.1 原子吸收光谱仪。

5.8.3.2 镉空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 分别移取 0.00、0.50 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含镉量为 0.00、0.005 mg、0.010 mg、0.015 mg,在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

5.8.4.2 移取 5.00 mL 试液 B 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度,从校准曲线中求得 Cd 含量。

5.8.5 分析结果的表述

镉含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

m ——从校准曲线查出镉质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.8.6 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%。

5.9 铬[Cr(VI)]含量的测定

5.9.1 方法提要

用氨水将 Fe^{3+} 、 Cr^{3+} 生成氢氧化物或碱式盐,沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定铬。

5.9.2 试剂与材料

5.9.2.1 氨水溶液:1+1。

5.9.2.2 甲基红指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

5.9.3 仪器、设备

一般实验室仪器和以下设备。

5.9.3.1 原子吸收分光光度计。

5.9.3.2 铬空心阴极灯。

5.9.3.3 铬标准贮备溶液:1 mL 溶液含有0.1 mgCr。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 试样的制备

称取约5 g 液体试样或2.5 g 固体试样,精确至0.000 2 g,置于250 mL 烧杯中,加水50 mL 溶解,加入2滴甲基红指示剂,在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止,加热至微沸,使沉淀凝聚。冷却后,转移至100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用快速定性滤纸干过滤,滤液留作测定用。

5.9.4.2 校准曲线的绘制

移取0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为0.00、0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg、0.40 mg,在仪器的最佳工作条件下,于波长357.9 nm 处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铬含量为横坐标,绘制校准曲线。

5.9.4.3 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从校准曲线中求得相应的铬含量。

5.9.5 分析结果的表述

铬含量以质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按式(10)计算:

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

式中:

m ——从校准曲线上查得铬质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,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不大于0.000 1%。

6 检验规则

6.1 水处理剂氯化铁应由生产厂的质量检验部门按照本标准规定的试验方法和检验规则对产品质量进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.2 每批出厂的产品都应附有质量说明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、类别、净质量、批号、生产日期、产品质量符合本标准的证明书及本标准编号。

6.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的水处理剂氯化铁进行检验,核实其质量是否符合本标准的要求。

6.4 水处理剂氯化铁每批产品不超过:固体 20 t,液体 60 t。

6.5 固体氯化铁的采样按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。采样时扒开表面约 5 cm 厚的试样,将采样器自包装单元的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采样品在封闭的容器中混匀后,取出平均样不得少于 500 g。

液体氯化铁的采样根据包装、贮运工具,按 GB/T 6680 规定进行。将所采样品混匀后,取出平均样不得少于 500 mL。

将采取的样品分装于两个干净、干燥、带磨口塞的试剂瓶中,密封。试剂瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、类别、批号、采样时间和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶备查,保存期为 3 个月。

6.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。检验结果如果中有一项不符合本标准要求,则应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准要求,该批产品为不合格。

6.7 当供需双方因产品质量发生异议时,可按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、标签和包装

7.1 水处理剂氯化铁包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、类别、净质量、批号或生产日期及本标准编号。

7.2 固体水处理剂氯化铁采用 3 种包装方式(见 7.2.1,7.2.2 和 7.2.3),液体氯化铁采用 2 种包装方式(见 7.2.4 和 7.2.5)。

7.2.1 硬质纤维板桶包装:内包装袋采用食品级聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸为 600 mm×400 mm,厚度为 0.1 mm;外包装采用硬质纤维板桶,规格尺寸为 $\phi 400$ mm×500 mm,厚度为 4 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。水处理剂氯化铁每桶净质量 50 kg。

7.2.2 聚乙烯塑料桶包装:内包装袋采用食品级聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸为 600 mm×400 mm,厚度为 0.1 mm;外包装采用聚乙烯塑料桶,规格尺寸为 $\phi 360$ mm×500 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。水处理剂固体氯化铁每桶净质量 50 kg。

7.2.3 铁桶包装:铁桶规格尺寸为 $\phi 350$ mm×485 mm,厚度为 0.5 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。水处理剂固体氯化铁每桶净质量 50 kg。

7.2.4 专用槽车包装:液体氯化铁用玻璃钢制作的槽车包装,其规格尺寸应符合运输工具装载尺寸的要求。

7.2.5 聚乙烯塑料桶包装:塑料桶规格尺寸为 $\phi 360$ mm×500 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。液体氯化铁每桶净质量 50 kg。

7.3 水处理剂固体氯化铁的包装采用 3 种封口方式(见 7.3.1,7.3.2 和 7.3.3)。液体氯化铁采用 2 种封口方式(见 7.3.4 和 7.3.5)

7.3.1 用硬质纤维板桶包装时,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;纤维板桶用钉有十字形支撑木块的盖盖好,用铁皮加强筋将桶盖与桶体钉牢。

7.3.2 用聚乙烯塑料桶包装时,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;塑料桶在桶盖与桶口之间垫以橡胶垫圈密封。

7.3.3 用铁桶包装时,对于中开口桶用压盖形式密封,焊牢;对全开口桶在桶盖与桶口之间垫以半圆形橡胶垫圈密封,并用带有锁孔的弧形卡环卡紧,用铅封牢。

7.3.4 用专用槽车包装时,槽车口用铁盖盖严,卡牢。

7.3.5 用聚乙烯塑料桶包装液体氯化铁时,塑料桶加内盖封口,外盖内加橡胶垫圈,拧紧。

7.4 水处理剂氯化铁在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,避免撞击和有毒物品的污染。

7.5 固体氯化铁应贮存在干燥通风的库房内,不宜露天堆放。氯化铁溶液应贮存在专用钢铁贮罐和槽车中。

参 考 文 献

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1988)
