

ICS 13.060
G 77



中华人民共和国国家标准

GB 14591—2006
代替 GB 14591—1993

水处理剂 聚合硫酸铁

Water treatment chemicals—Poly ferric sulfate

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 I 类产品的全部技术指标为强制性的,其他为推荐性的。

本标准代替 GB 14591—1993《净水剂 聚合硫酸铁》。

本标准与 GB 14591—1993 相比差异如下:

- 按用途不同将产品分为 I 类、II 类;
- 提高了固体聚合硫酸铁产品的全铁指标;
- 增加了 Cr(VI)、Hg、Cd 等指标;

本标准自实施之日起, HG/T 2153—1991《水处理剂 聚合硫酸铁》废止。

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、南京化学工业总公司精细化工厂、武钢供水综合厂、鞍钢附企给排水净水剂厂、深圳清源净水器材有限公司、淄博天水化工有限公司、重庆蓝洁自来水材料有限公司等、邵阳市佑华净水材料有限公司。

本标准主要起草人:朱传俊、李风亭、尹显才、李英、赵俊岩、黄红杉、张继山、邹鹏、易佑华。

本标准由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 1993 年首次发布。

水处理剂 聚合硫酸铁

1 范围

本标准规定了水处理剂聚合硫酸铁产品的技术要求、分类、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂聚合硫酸铁。该产品主要用于饮用水、工业用水和各种污水的处理,其中仅以硫酸法生产钛白粉的副产品硫酸亚铁和工业硫酸为原料制得的水处理剂聚合硫酸铁可用于饮用水处理。

示性式: $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-\frac{n}{2}}]_m$ 。

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。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 191—2000 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 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 8946 塑料纺织袋

3 产品分类

聚合硫酸铁产品按用途分为两类。

I类:饮用水用。

II类:工业用水、废水和污水用。

4 技术要求

4.1 外观:液体为红褐色粘稠透明液体;固体为淡黄色无定型固体。

4.2 聚合硫酸铁应符合表1要求。

表 1

项 目		指 标			
		I 类		II 类	
		液体	固体	液体	固体
密度/g/cm ³ (20℃)	≥	1.45	—	1.45	—
全铁的质量分数/%	≥	11.0	19.0	11.0	19.0

表 1(续)

项 目	指 标			
	I 类		II 类	
	液体	固体	液体	固体
还原性物质(以 Fe ²⁺ 计)的质量分数/% ≤	0.10	0.15	0.10	0.15
盐基度/%	8.0~16.0	8.0~16.0	8.0~16.0	8.0~16.0
不溶物的质量分数/% ≤	0.3	0.5	0.3	0.5
pH(1%水溶液)	2.0~3.0	2.0~3.0	2.0~3.0	2.0~3.0
镉(Cd)的质量分数/% ≤	0.000 1	0.000 2	—	—
汞(Hg)的质量分数/% ≤	0.000 01	0.000 01	—	—
铬[Cr(VI)]的质量分数/% ≤	0.000 5	0.000 5	—	—
砷(As)的质量分数/% ≤	0.000 1	0.000 2	—	—
铅(Pb)的质量分数/% ≤	0.000 5	0.001	—	—

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 密度的测定(密度计法)

5.1.1 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。

5.1.2 仪器、设备

5.1.2.1 密度计:刻度值为 0.001 g/cm³。

5.1.2.2 恒温水浴:可控制温度(20±1)℃。

5.1.2.3 温度计:分度值为 1℃。

5.1.2.4 量筒:250 mL~500 mL。

5.1.3 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±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。

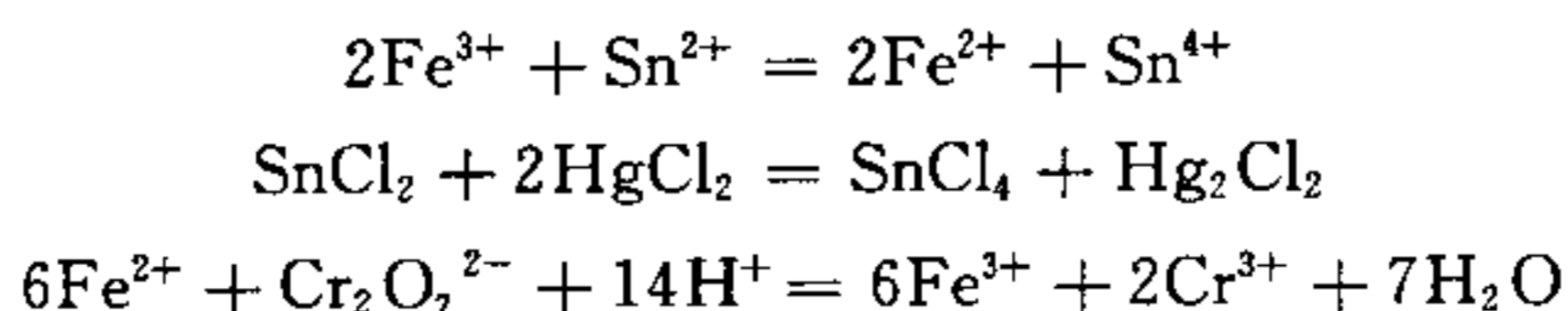
5.2 全铁含量的测定

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 水,GB/T 6682,三级。

5.2.1.2.2 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。

5.2.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

5.2.1.2.4 氯化汞饱和溶液。

5.2.1.2.5 硫-磷混酸:将 150 mL 硫酸,缓慢注入到含 500 mL 水的烧杯中,冷却后再加入 150 mL 磷酸,然后稀释到 1 000 mL 容量瓶中。

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

5.2.1.2.7 二苯胺磺酸钠溶液:5 g/L。

5.2.1.3 分析步骤

称取液体产品约 1.5 g 或固体产品约 0.9 g,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加水 20 mL,加盐酸溶液 20 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 1 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,二苯胺磺酸钠指示剂 4~5 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 结果的计算

全铁含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{1\ 000 \times m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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 ——铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe})=55.85$];

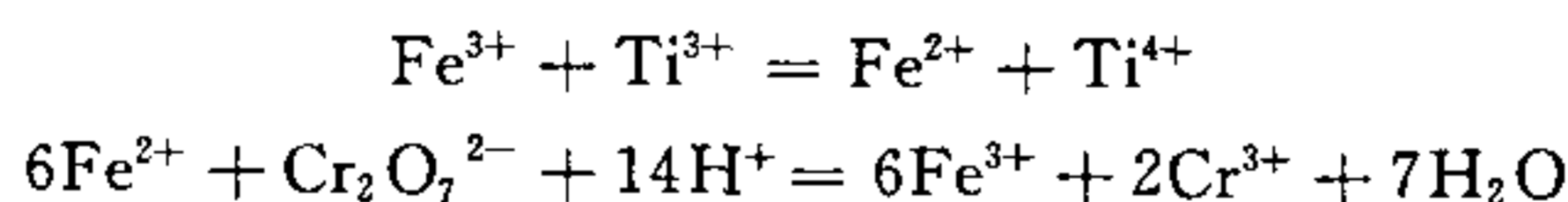
m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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剂,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 水,GB/T 6682,三级。

5.2.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.2.2.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.2.2.2.4 磷酸溶液:15+85。

5.2.2.2.5 硫酸铜溶液:5 g/L。

5.2.2.2.6 三氯化钛溶液:量取 25 mL 15% 的三氯化钛溶液,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,可用 15 天左右。

5.2.2.2.7 钨酸钠指示剂: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 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1\text{ mol/L}$ 。

5.2.2.2.9 二苯胺磺酸钠溶液： 5 g/L 。

5.2.2.3 分析步骤

称取约 $0.2\text{ g}\sim 0.3\text{ g}$ 试样，精确至 0.0002 g 。置于 250 mL 锥形瓶中，加盐酸溶液 10 mL ，硫酸溶液 10 mL 和钨酸钠指示剂 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 2 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 2 滴二苯胺磺酸钠指示剂，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 结果的表述

全铁含量以质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按式(2)计算：

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

式中：

V ——滴定时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 ——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 水,GB/T 6682,三级。

5.3.2.2 硫酸。

5.3.2.3 磷酸。

5.3.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液(I)： $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

5.3.2.5 高锰酸钾标准滴定溶液(II)： $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.01\text{ mol/L}$ 。

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

称取约 5 g 试样，精确至 0.001 g ，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 结果的表述

还原性物质(以 Fe^{2+} 计)含量以质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按式(3)计算：

$$w_3 = \frac{(V - V_0)cM}{1\ 000 \times m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V ——滴定时消耗高锰酸钾标准滴定溶液(II)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)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 ——铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe})=55.85$];
 m ——试料质量的数值,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不大于0.01%。

5.4 盐基度

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,然后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+3。
 5.4.2.3 氢氧化钠溶液:4 g/L。
 5.4.2.4 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。
 5.4.2.5 氟化钾溶液:500 g/L。

称取500 g 氟化钾,以200 mL 不含二氧化碳的蒸馏水溶解后,稀释到1 000 mL。加入2 mL 酚酞指示剂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。

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

5.4.2.7 酚酞指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

5.4.3 分析步骤

称取约(1.2~1.3) g 试样,精确至0.000 2 g,置于400 mL 聚乙烯烧杯中,用移液管加入25 mL 盐酸标准溶液,加20 mL 煮沸后的蒸馏水,摇匀,盖上表面皿。在室温下放置10 min,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)为终点。同时用煮沸后冷却的蒸馏水代替试样做空白试验。

5.4.4 结果的表述

盐基度含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_5 = \frac{(V_0 - V)cM}{\frac{m \times w_4}{18.62}} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- V_0 ——空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——氢氧根摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{OH}^-)=17.0$];
 W_4 ——试样中三价铁的质量分数, $W_4=W_1-W_3$ 或 $W_4=W_2-W_3$;
 18.62——铁摩尔质量 $M(1/3\text{Fe})$,g/mol;
 m ——试料质量的数值,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0.2%。

5.5 pH 值的测定

5.5.1 仪器、设备

一般实验室仪器和酸度计: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 不溶物含量的测定

5.6.1 试剂和材料

5.6.1.1 盐酸溶液:1+49。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 电热恒温干燥箱:温度可控制为 105℃~110℃。

5.6.2.2 坩埚式过滤器:5 μm~15 μm。

5.6.3 分析步骤

从干燥洁净的称量瓶中称取约 20 g 液体试样,或 10 g 固体试样,精确至 0.001 g,移入 250 mL 烧杯中。对液体试样,用水分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试样的烧杯中,加水至约 100 mL,搅拌均匀;对固体试样,用盐酸溶液分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试样的烧杯中,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℃ 干燥至恒重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)。把坩埚放入电热恒温干燥箱内,于 105℃~110℃ 下烘至恒重。

5.6.4 结果的表述

不溶物含量以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——坩埚式过滤器连同残渣质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.7 砷含量的测定

5.7.1 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法(仲裁法)

5.7.1.1 方法提要

样品中砷化物在砷化钾和酸性氯化亚锡作用下,被还原成三价砷。三价砷与锌和酸作用产生的新生态氢生成砷化氢气体。通过乙酸铅浸泡的棉花去除硫化氢的干扰,然后与二乙基二硫代氨基甲酸银作用成棕红色的胶体溶液,于 530 nm 下测其吸光度。

5.7.1.2 试剂和材料

5.7.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.7.1.2.2 硫酸溶液:1+9。

5.7.1.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.7.1.2.4 氢氧化钠溶液:100 g/L。

5.7.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

称取 4 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)加 10 mL 盐酸溶解,用水稀释至 100 mL,加入数粒金属锡粒,贮于棕色试剂瓶中。

5.7.1.2.6 无砷锌粒。

5.7.1.2.7 乙酸铅溶液:100 g/L。

溶解 10 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 水中,并加入几滴 $c(\text{CH}_3\text{COOH})=6 \text{ mol/L}$ 的乙酸溶液。

5.7.1.2.8 乙酸铅棉花:取脱脂棉花,用乙酸铅溶液浸泡 2 h,使其自然干燥或于 100℃烘箱中烘干后,保存于密闭的瓶中。

5.7.1.2.9 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺三氯甲烷溶液(以下称吸收液):称取 0.25 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用少量三氯甲烷溶解,加入 2 mL 三乙醇胺,用三氯甲烷稀释至 100 mL,静置过夜,过滤,贮于棕色瓶中,置冰箱中于 4℃下保存。

5.7.1.2.10 砷标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mgAs。

5.7.1.2.11 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mgAs。

移取 10 mL 砷标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硫酸溶液(1+9),加水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液 10 mL 放于 100 mL 容量瓶中加水稀释至刻度。

5.7.1.3 仪器、设备

5.7.1.3.1 定砷器:见 GB/T 610.2—1988 第 5.3 条规定。

5.7.1.3.2 分光光度计。

5.7.1.4 分析步骤

5.7.1.4.1 称取固体试样 1.000 g 或液体试样 0.600 g,精确至 0.000 2 g,放入定砷器的锥形瓶中,在另一定砷器的锥形瓶中,准确放入 2.00 mL 砷标准溶液,分别加入 3 mL 硫酸溶液(1+1),用水稀释至 30 mL 后,加碘化钾溶液(150 g/L)2 mL,静置 2 min~3 min,加氯化亚锡溶液 1.0 mL,混匀,放置 15 min。

5.7.1.4.2 在带刻度的吸收管中分别加入 5.0 mL 吸收液,插入塞有乙酸铅棉花的导气管,迅速向发生瓶中倾入预先称好的 5 g 无砷铅粒,立即塞紧瓶塞,勿使漏气。室外温下反应 1 h,最后用三氯甲烷将吸收液体积补充至 5.0 mL,在 1 h 内于 530 nm 波长下,用 1.0 cm 吸收池分别测样品及标准溶液的吸光度。样品吸光度低于标准溶液吸光度为符合标准。同时,用试剂空白调零。

5.7.2 砷斑法

5.7.2.1 方法提要

在酸性介质中,金属锌将砷化物还原为砷化氢。砷化氢在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准砷斑进行比较。

5.7.2.2 试剂与材料

5.7.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.7.2.2.2 盐酸。

5.7.2.2.3 碘化钾。

5.7.2.2.4 无砷锌粒。

5.7.2.2.5 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.7.2.2.6 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mgAs(配制方法同 5.7.1.2.11)。

5.7.2.2.7 乙酸铅棉花。

5.7.2.2.8 溴化汞试纸。

5.7.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和定砷器:同 GB/T 610.1—1988 中 5.2 规定。

5.7.2.4 分析步骤

称取约(5±0.01) g 固体试样或(10±0.01) g 液体试样,溶解后,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于广口瓶中,加 5 mL 盐酸,1 g 碘化钾和 5 滴氯化亚锡溶液,摇匀后放置 10 min。加 2 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装上并塞紧。在 25℃~30℃下于暗处放置 1 h。取出溴化汞试纸,其颜色不得深于标准。

标准是：用移液管移取 1 mL 砷标准溶液，加水至 20 mL，与试验溶液同时同样处理。

5.8 铅含量的测定

5.8.1 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。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 过氧化氢：优级纯。

5.8.2.2 硝酸(优级纯)溶液：1+1。

5.8.2.3 硝酸(优级纯)溶液：1+199。

5.8.2.4 铅标准贮备液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

5.8.2.5 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(5.8.2.2)至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

5.8.3 仪器、设备

所用玻璃仪器均用 1+9 的硝酸溶液浸泡过液，再用水洗涤。

5.8.3.1 氩气钢瓶。

5.8.3.2 原子吸收光谱仪：带有石墨炉控制装置。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 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 5 个 100 mL 容量瓶中，加硝酸溶液(5.8.2.2)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。

5.8.4.2 测定

称取约 5 g 固体试样或 10 g 液体试样，精确至 0.01 g，转移至 100 mL 容量瓶中，加水稀至刻度，摇匀。此为试液 A，供测 Pb、Cd、Hg 用。

准确移取 5.00 mL 试液 A，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(5.8.2.1)，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。

5.8.5 结果的表述

铅含量以质量分数 w_7 计，数值以 % 表示，按式(6)计算：

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

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

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

m ——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 3%。

5.9 镉含量的测定

5.9.1 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。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 硝酸溶液：1+1。

5.9.2.2 镉标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mg Cd。

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。

5.9.2.3 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mg Cd。

移取 10.00 mL 镉标准溶液贮备溶液放入 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.3 仪器、设备

5.9.3.1 原子吸收光谱仪。

5.9.3.2 镉空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 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、0.05 mg、0.10 mg、0.15 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。

5.9.4.2 移取 10.00 mL 试液 A 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。

5.9.5 分析结果的表述

镉的含量以质量分数 w_s 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

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

式中:

m ——试样中镉质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量的数值,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 05%。

5.10 汞含量的测定

5.10.1 分光光度法

5.10.1.1 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。

5.10.1.2 试剂和材料

5.10.1.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.10.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.10.1.2.3 硝酸。

5.10.1.2.4 醋酸溶液:1+2。

5.10.1.2.5 氨水溶液:1+2。

5.10.1.2.6 氨水溶液:1+3。

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

5.10.1.2.8 高锰酸钾。

5.10.1.2.9 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,加双硫脲四氯化碳浓溶液 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。

5.10.1.2.10 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,加双硫脲四氯化碳浓溶液 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。

5.10.1.2.11 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,加双硫脲四氯化碳浓溶液 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。

5.10.1.2.12 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。

5.10.1.2.13 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。

5.10.1.2.14 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。

5.10.1.2.15 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。

5.10.1.2.16 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。

5.10.1.2.17 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Hg。

5.10.1.2.18 汞标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg Hg。

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。

5.10.1.3 仪器、设备

5.10.1.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

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

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

5.10.1.3.4 分光光度计。

5.10.1.4 分析步骤

5.10.1.4.1 称取液体试样约 20 g,固体试样约 10 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。

5.10.1.4.2 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。

5.10.1.4.3 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。

5.10.1.4.4 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。

5.10.1.4.5 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。

5.10.1.4.6 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。

5.10.1.4.7 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。

5.10.1.4.8 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。

5.10.1.4.9 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。

5.10.1.4.10 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。

5.10.1.4.11 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。

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

5.10.1.4.13 校准曲线的绘制:依次移取汞标准溶液 1.00~15.00 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。然后按照 5.11.1.4.10~5.11.1.4.12 同样操作,以汞含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。同时做空白试验。

5.10.1.5 分析结果的表述

汞含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m ——从校准曲线查出汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量的数值,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 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。

5.10.2.2.2 硫酸(优级纯)溶液:1+71。

5.10.2.2.3 盐酸(优级纯)溶液:1+11。

5.10.2.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

5.10.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.10.2.2.6 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。

5.10.2.2.7 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Hg。

5.10.2.2.8 汞标准溶液:1 mL 含有 0.001 mg Hg(配制方法同 5.10.1.2.18)。

5.10.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和以下设备。

5.10.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

5.10.2.3.2 汞空心阴极灯。

5.10.2.4 分析步骤

5.10.2.4.1 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0.00、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(μg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.10.2.4.2 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 分析结果的表述

汞含量以质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按式(9)计算:

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

式中:

m ——从校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)。

5.10.2.6 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0.000 002%。

5.11 铬[Cr(VI)]含量的测定

5.11.1 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Cr(VI)。

5.11.2 试剂与材料

5.11.2.1 氨水溶液:1+1。

5.11.2.2 甲基红指示剂:1 g/L乙醇溶液。

5.11.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.11.3.1 原子吸收分光光度计。

5.11.3.2 铬空心阴极灯。

5.11.3.3 铬标准贮备溶液:1 mL溶液含有0.1 mg Cr。

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 试样的制备

称取约10 g液体试样或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。

5.11.4.2 校准曲线的绘制

移取0.00 mL、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。

5.11.4.3 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。

5.11.5 分析结果的表述

铬含量以质量分数 w_{11} 计,数值以%表示,按式(10)计算:

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

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)。

5.11.6 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不大于 0.000 1%。

6 检验规则

6.1 本标准规定的全部指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,6 个月至少进行一次型式检验。其中密度、全铁含量、还原性物质(以 Fe^{2+} 计)、盐基度、水不溶物、pH 等 6 项指标应逐批检验。

6.2 每批产品液体应不超过 200 t,固体应不超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

对于袋装固体产品,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、干燥的玻璃瓶中,密封。

对于桶装液体产品,采样时应将采样器深入桶内 2/3 处采样,采样量不少于 500 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。

对于用贮罐车装运的液体产品,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。

6.4 水处理剂聚合硫酸铁应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.6 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

6.7 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。如果检验结果中有一项不符合本标准要求时,应加倍抽取样品重新检验,核验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

6.8 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 水处理剂聚合硫酸铁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、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 191—2000 规定的“标志 6 怕雨”。

7.2 固体水处理剂聚合硫酸铁采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装;外包装采用聚丙烯塑料纺织袋,其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。

7.3 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。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。

7.4 水处理剂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。

7.5 水处理剂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。

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 3696:1987)
