

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

代替 XX/T

水处理剂 有机复合聚氯化铝

Water treatment chemicals—Polyaluminium sulfate chloride

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 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。

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水处理剂分技术委员会（SAC/TC63/SC5）归口。

本文件起草单位： 、 、 。

本文件主要起草人： 。

# 水处理剂 有机复合聚氯化铝

**警告：**水处理剂 有机复合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有机复合聚氯化铝的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于有机复合聚氯化铝产品，该产品主要用于工业给水、废水和污水的处理，也适用于污泥脱水处理。

## 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 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  
GB/T 22627 水处理剂 聚氯化铝  
HG/T 4331 水处理剂混凝性能的评价方法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 要求

4.1 感官要求

无色至黄色或黄褐色液体，无异味。

4.2 原料要求

生产水处理剂有机复合聚氯化铝所用聚氯化铝原料应符合 GB/T 22627 的规定；有机絮凝剂原料应符合相应的国家及行业标准要求。

4.3 技术要求

水处理剂有机复合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
氧化铝（Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ）的质量分数/%	≥ 8.0
旋转粘度/（mpa·s）（25℃）	≥ 0.006
电荷密度/（mmol/g）	≥ 1.0
密度（20℃）/（g/cm <sup>3</sup> ）	≥ 1.12
盐基度/%	20~85
不溶物的质量分数/%	≤ 0.4
pH 值（10g/L 水溶液）	3.5~5.0
铁（Fe）的质量分数/%	≤ 1.5
氨氮（以 N 计）的质量分数/%	≤ 0.05
砷（As）的质量分数/%	≤ 0.0005
铅（Pb）的质量分数/%	≤ 0.002
镉（Cd）的质量分数/%	≤ 0.0005
汞（Hg）的质量分数/%	≤ 0.00005
铬（Cr）的质量分数/%	≤ 0.005
混凝性能	按双方协商要求
表中所列产品的不溶物、铁、氨氮、砷、铅、镉、汞、铬的指标均按Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 质量分数为10%计，当Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 含量≠10%时，应将实际含量折算成Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 为10%产品比例，计算出相应的质量分数。	

5 试验方法

警告：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。

5.1 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。

## 5.2 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。

## 5.3 氧化铝含量的测定

### 5.3.1 氯化锌标准溶液滴定法（仲裁法）

#### 5.3.1.1 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。

#### 5.3.1.2 试剂或材料

5.3.1.2.1 无二氧化碳的水。

5.3.1.2.2 硝酸溶液：1+12。

5.3.1.2.3 氨水溶液：1+1。

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

5.3.1.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH≈5.5）：称取 272g 乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水中，加入 19mL 冰乙酸，用水稀释至 1000mL，摇匀。

5.3.1.2.6 氧化铝标准溶液：0.001g/mL（以  $\text{Al}_2\text{O}_3$  计）。称取 0.5293g 高纯铝（≥99.99%），精确至 0.2mg，置于 200mL 聚乙烯杯中，加入 20mL 水和 3g 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 10mL，使其透明，冷却后转移至 1000mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

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

- 配制：称取 2.7g 氯化锌，用盐酸溶液（1+19）溶解并稀释至 1000mL，摇匀。
- 标定：移取 25.00mL EDTA 溶液，置于 250mL 锥形瓶中，加入 5mL 硝酸溶液，按 5.3.1.3.4~5.3.1.3.5 进行操作，读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量  $V_0$ 。再移取 25.00mL EDTA 溶液和 15.00mL 氧化铝标准溶液，置于 250mL 锥形瓶中，加入 5mL 硝酸溶液，按 5.3.1.3.4~5.3.1.3.5 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：

$\rho$ ——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）（ $M=101.96$ ）。

5.3.1.2.8 百里香酚蓝指示液：1g/L 乙醇溶液。

5.3.1.2.9 二甲酚橙指示液：2g/L。

### 5.3.1.3 试验步骤

5.3.1.3.1 称取约 10g 液体试样或 3g 固体试样，精确至 0.2mg。用无二氧化碳的水溶解后转移至 250mL 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。

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

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

5.3.1.3.4 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 2min。

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

5.3.1.3.6 同时做空白试验。

### 5.3.1.4 结果计算

氧化铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 含量以质量分数  $w_1$  计，数值以%表示，按式 (2) 计算：

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

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) ( $V_A=250$ )。

### 5.3.1.5 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%。

## 5.3.2 硫酸铜标准溶液滴定法

### 5.3.2.1 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。

### 5.3.2.2 试剂或材料

5.3.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.3.2.2.2 氨水溶液：1+1。

5.3.2.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈4.3)。称取 42.3g 无水乙酸钠溶于水，加 80mL 冰乙酸，用水稀释至 1000mL，摇匀。

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

5.3.2.2.5 氧化铝标准溶液： $0.001\text{g/mL Al}_2\text{O}_3$ ，同 5.3.1.2.6。

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

- 配制：称取  $5.0\text{g}$  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  $1000\text{mL}$ ，摇匀。
- 标定：移取  $25.00\text{mL}$  EDTA 溶液，置于  $250\text{mL}$  锥形瓶中，加入  $1\text{mL}$  盐酸溶液，按 5.3.2.3.3~5.3.2.3.5 进行操作，读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量  $V_0$ 。再移取  $25.00\text{mL}$  EDTA 溶液和  $15.00\text{mL}$  氧化铝标准溶液，置于  $250\text{mL}$  锥形瓶中，加入  $1\text{mL}$  盐酸溶液，按 5.3.2.3.3~5.3.2.3.5 进行操作，读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量  $V$ 。
- 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 ( $\text{mol/L}$ ) 表示，按式 (3) 计算：

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

式中：

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

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

$V_0$ ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 ( $\text{mL}$ )；

$V$ ——试样消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 ( $\text{mL}$ )；

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

5.3.2.2.7 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN) 指示液：将  $0.3\text{g}$  PAN 溶于  $100\text{mL}$  95%乙醇中。

5.3.2.2.8 甲基橙指示液： $1\text{g/L}$ 。

### 5.3.2.3 试验步骤

5.3.2.3.1 移取  $5.00\text{mL}$  试液 A (5.3.1.3)，置于  $250\text{mL}$  锥形瓶中，加入  $5\text{mL}$  水。

5.3.2.3.2 加入  $1\text{mL}$  盐酸溶液，煮沸  $1\text{min}$ 。加入  $25.00\text{mL}$  EDTA 溶液。

5.3.2.3.3 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。

5.3.2.3.4 加入  $15\text{mL}$  乙酸-乙酸钠缓冲溶液，煮沸  $2\text{min}$ 。

5.3.2.3.5 加四至五滴 PAN 指示液，稍冷 (约  $95^\circ\text{C}$ ) 以硫酸铜标准滴定溶液滴定至紫红色即为终点。

5.3.2.3.6 同时做空白试验。

### 5.3.2.4 结果计算

氧化铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 含量以质量分数  $w_1$  计，数值以 % 表示，按式 (4) 计算：

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

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 ( $\text{mL}$ )；

$V$ ——试样消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 ( $\text{mL}$ )；

$c$ ——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 ( $\text{mol/L}$ )；

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

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$V_1$ ——移取试液A（5.3.1.3）的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=5$ ）；

$V_A$ ——试液A（5.3.1.3）的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_A=250$ ）。

### 5.3.2.5 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%。

## 5.4 旋转粘度的测定

### 5.4.1 方法提要

旋转黏度即表观黏度，它随剪切速率变化而呈可逆变化，可采用旋转黏度计测量。

### 5.4.2 仪器设备

#### 5.4.2.1 旋转黏度计。

#### 5.4.2.2 恒温水浴槽：可控温度 $(25\pm0.5)^\circ\text{C}$ 。

#### 5.4.2.3 电磁搅拌器。

### 5.4.3 试验步骤

根据旋转黏度计说明书，选取适宜的黏度计转子及转速，使其读数在仪器推荐的范围内。将试样倒入烧杯中，置于 $(25\pm0.5)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中，待试样温度与水浴温度一致时将转子垂直浸入试样中心位置，并使液面达到转子液位标线（有保护架应装上）。开动旋转黏度计，待稳定后，读数。重复测定三次，绝对误差不超过 $0.5\text{ mPa}\cdot\text{s}$ ，取其平均值。

## 5.5 电荷密度的测定

### 5.5.1 方法提要

使用离子电荷测试仪配套的阴离子标准滴定液，滴定待测阳离子试样，以流动电势为0mv时为终点。

### 5.5.2 试剂或材料

#### 5.5.2.1 水：符合 GB/T 6682-2008 中的一级水的规定。

#### 5.5.2.2 Pes-Na 阴离子标准滴定液：浓度 $0.001\text{ mol/L}$ 。

### 5.5.3 仪器设备

#### 5.5.3.1 离子电荷测试仪。

#### 5.5.3.2 磁力搅拌器。

### 5.5.4 试验步骤

#### 5.5.4.1 样品制备

称取约 $(200-m_1)\text{ g}$ 的水于500ml烧杯中，将烧杯置于磁力搅拌器上，打开搅拌器于合适的转速。称取约2g试样 $(m_1)$ 加入到烧杯中，搅拌至完全溶解。此为样品溶液。



称取  $(100-m_2)$  g 的水于 250ml 烧杯中，将烧杯置于磁力搅拌器上，打开搅拌器于合适的转速。称取约 10g 样品溶液加入到烧杯中  $(m_2)$ ，搅拌至完全溶解。此为试验溶液。

#### 5.5.4.2 测定

称取 6g~7g 试验溶液，精确至 0.2mg，置于离子电荷滴定仪的测定杯中。用 Pes-Na 阴离子标准滴定液对试液进行滴定，记录使流动电势降为 0mv 时所消耗的标准滴定液的体积。

同时做空白试验。

#### 5.5.4.3 结果计算

电荷密度 EQ 以毫摩尔每克 (mmol/g) 计，按式 (5) 计算：

$$EQ = \frac{(V - V_0)c}{\frac{m_1}{m} \cdot \frac{m_2}{m_3} m_4 w} \dots\dots\dots (5)$$

$V$ ——试验溶液消耗 Pes-Na 阴离子标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_0$ ——空白消耗 Pes-Na 阴离子标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c$ ——Pes-Na 阴离子标准滴定溶液的摩尔浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$m_1$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_2$ ——称取样品溶液的质量的数值，单位为 (g)；

$m$ ——样品溶液的总质量的数值，单位为 (g) ( $m=200$ )；

$m_3$ ——试验溶液的总质量的数值，单位为 (g) ( $m=100$ )

$m_4$ ——称取试验溶液的质量的数值，单位为 (g)

$w$ ——测得的有机絮凝剂的有效含量的质量分数。

计算结果保留到小数点后一位。

#### 5.5.4.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 mmol/L。

### 5.6 密度的测定

按 GB/T 22594—2018 中密度计法进行测定。

### 5.7 盐基度的测定

#### 5.7.1 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。

#### 5.7.2 试剂或材料

##### 5.7.2.1 无二氧化碳的水。

5.7.2.2 氟化钾溶液：250/L。称取 250g 氟化钾，用 200mL 无二氧化碳的水溶解后，稀释至 1000mL。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。

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

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

5.7.2.5 酚酞指示液：10g/L 乙醇溶液。

### 5.7.3 试验步骤

移取 25.00mL 试液 A (5.3.1.3)，置于 250mL 锥形瓶中，加入 20.00mL 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 20mL 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。

### 5.7.4 结果计算

盐基度以  $w_2$  计，数值以%表示，按式 (6) 计算：

$$w_2 = \frac{\frac{(V_0 - V)cM \times 10^{-3}}{M}}{mw_1 \frac{\frac{V_1}{V_A} \frac{2M_1/M_2}{M_1/3}}{}} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

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)；

$w_1$ ——5.3 测得的氧化铝的质量分数，%；

$V_1$ ——移取试液 A (5.3.1.3) 的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_1=25$ )；

$V_A$ ——试液 A (5.3.1.3) 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) ( $M_2=101.96$ )。

### 5.7.5 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%。

## 5.8 不溶物含量的测定

### 5.8.1 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。

### 5.8.2 试剂或材料

5.8.2.1 稀释用水：在 1000mL 水中边搅拌边加入约 22mL 0.5mol/L 盐酸溶液，调节 pH 值至 2.0~2.5 (用酸度计测量)。

5.8.2.2 硝酸银溶液：17g/L。

### 5.8.3 仪器、设备

5.8.3.1 电热恒温干燥箱：10℃～200℃。

5.8.3.2 G4 坩埚式过滤器。

### 5.8.4 试验步骤

称取约 10g 液体试样或约 3g 固体试样，精确至 0.2mg，置于 250mL 烧杯中。加入约 150mL 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  $\text{Cl}^-$  后（用硝酸银溶液检验），将 G4 坩埚式过滤器同滤渣于 100℃～105℃ 干燥至恒量。

### 5.8.5 结果计算

不溶物含量以质量分数  $w_3$  计，数值以%表示，按式（7）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

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）。

### 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，液体样品不大于 0.03%，固体样品不大于 0.1%。

## 5.9 pH 值的测定

按 GB/T 22592 进行测定。

## 5.10 铁含量的测定

### 5.10.1 分光光度法（仲裁法）

#### 5.10.1.1 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  $\text{Fe}^{3+}$  还原成  $\text{Fe}^{2+}$ ， $\text{Fe}^{2+}$  与 1,10-菲罗啉生成橙红色络合物，在 510nm 波长处测定其吸光度。

#### 5.10.1.2 试剂或材料

5.10.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.10.1.2.2 氨水溶液：1+1。

5.10.1.2.3 乙酸—乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.5。

5.10.1.2.4 抗坏血酸溶液：100g/L。此溶液有效期为一周。

5.10.1.2.5 1,10-菲罗啉溶液：2g/L。

5.10.1.2.6 铁标准贮备溶液：0.1mg/mL。

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

### 5.10.1.3 仪器设备

分光光度计：配有1cm的吸收池。

### 5.10.1.4 校准曲线的绘制

5.10.1.4.1 分别移取 0.00mL（空白）、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 铁标准溶液于六个 100mL 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。

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

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

5.10.1.4.4 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。

### 5.10.1.5 试验步骤

移取15.00mL试液A（5.3.1.3），置于250mL锥形瓶中，加入2mL盐酸溶液，加水至体积约为30mL，置于电加热板上煮沸约15min，避免煮干。冷却后，转移至100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液为试液B。移取2mL试液B置于100mL容量瓶中，按5.8.1.4.2~5.8.1.4.3进行测定。

### 5.10.1.6 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：

$$w_4 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m V_1/V_A \bullet V_2/V_B} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$\rho$ ——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（5.3.1.3）的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=15$ ）；

$V_A$ ——试液A（5.3.1.3）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）（ $V_B=100$ ）。

### 5.10.1.7 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0.02%。

### 5.10.2 滴定法

### 5.10.2.1 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 $\text{Fe}^{2+}$ 转化成 $\text{Fe}^{3+}$ ，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。

### 5.10.2.2 试剂或材料

5.10.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.10.2.2.2 氨水溶液：1+1。

5.10.2.2.3 过硫酸铵溶液：10g/L，此溶液现用现配。

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

5.10.2.2.5 磺基水杨酸钠指示液：100g/L。

### 5.10.2.3 试验步骤

移取20.00mL试液A（5.3.1.3），置于250mL锥形瓶中。加入2mL盐酸溶液，煮沸1min，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2mL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。

### 5.10.2.4 结果计算

铁含量以质量分数 $w_4$ 计，数值以%表示，按式（9）计算：

$$w_4 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

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（5.3.1.3）的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=20$ ）；

$V_A$ ——试液A（5.3.1.3）的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_A=250$ ）。

### 5.10.2.5 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%。

## 5.11 氨氮含量的测定

### 5.11.1 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420nm波长处测定其吸光度。

### 5.11.2 试剂或材料

- 5.11.2.1 无氨的水。
- 5.11.2.2 轻质氧化镁 ( $\text{MgO}$ )：不含碳酸盐，在  $500^{\circ}\text{C}$  下加热氧化镁 10min 以上除去碳酸盐。
- 5.11.2.3 硼酸溶液：20g/L。
- 5.11.2.4 盐酸溶液：1+10。
- 5.11.2.5 氢氧化钠溶液：40g/L。
- 5.11.2.6 酒石酸钾钠溶液：500g/L。
- 5.11.2.7 氨氮标准贮备溶液：0.1mg/mL（以 N 计）。称取 0.382g 于  $100^{\circ}\text{C}$ ~ $105^{\circ}\text{C}$  干燥至恒量的氯化铵，加水溶解后转移至 1000mL 容量瓶中，用无氨的水稀释至刻度。
- 5.11.2.8 氨氮标准溶液：10  $\mu\text{g/mL}$ （以 N 计）。移取 25mL 氨氮标准贮备溶液置于 250mL 容量瓶中，用无氨的水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。
- 5.11.2.9 纳氏试剂。
- 5.11.2.10 溴百里酚蓝指示液：1g/L。

### 5.11.3 仪器、设备

- 5.11.3.1 分光光度计：配有 2cm 的吸收池。
- 5.11.3.2 氨氮蒸馏装置：由 500mL 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。

### 5.11.4 校准曲线的绘制

- 5.11.4.1 分别移取 0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 氨氮标准溶液置于八个 50mL 比色管中，对应的氨氮质量分别为 0.0 $\mu\text{g}$ 、5.0 $\mu\text{g}$ 、10.0 $\mu\text{g}$ 、20.0 $\mu\text{g}$ 、40.0 $\mu\text{g}$ 、60.0 $\mu\text{g}$ 、80.0 $\mu\text{g}$  和 100 $\mu\text{g}$ ，加入无氨的水至刻度。
- 5.11.4.2 加入 1.00mL 酒石酸钾钠溶液，摇匀，再加入 2.00mL 纳氏试剂，摇匀，静置 10min。
- 5.11.4.3 用分光光度计在 420nm 波长处，以空白为参比用 2cm 吸收池测定其吸光度。
- 5.11.4.4 以测得的吸光度为纵坐标，对应的氨氮的质量 ( $\mu\text{g}$ ) 为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

### 5.11.5 试验步骤

#### 5.11.5.1 试液的制备

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

#### 5.11.5.2 预蒸馏

在接收瓶中加入 50mL 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 0.25g 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 200mL 时，停止蒸馏，加水定容至 250mL。

#### 5.11.5.3 测定

移取 20.00mL 馏出液置于 50mL 比色管中，加入无氨的水至刻度，按 5.9.4.2~5.9.4.3 进行测定。

### 5.11.6 结果计算

氨氮含量以质量分数 $w_5$ 计，数值以%表示，按式（10）计算：

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

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（ $\mu\text{g}$ ）；

$m_0$ ——试料的质量的数值，单位为克（ $\text{g}$ ）；

$V$ ——移取馏出液的体积的数值，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）（ $V=20$ ）；

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

## 5.12 砷含量的测定

### 5.12.1 原子荧光光谱法（仲裁法）

#### 5.12.1.1 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。

#### 5.12.1.2 试剂或材料

5.12.1.2.1 盐酸。

5.12.1.2.2 盐酸溶液：1+19。

5.12.1.2.3 硝酸溶液：1+1。

5.12.1.2.4 硝酸溶液：1+4。

5.12.1.2.5 硫脲溶液：50 $\text{g/L}$ 。

5.12.1.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取 5.0 $\text{g}$  氢氧化钠和 20.0 $\text{g}$  硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至 1000 $\text{mL}$ ，贮存于聚乙烯瓶中。

5.12.1.2.7 砷标准贮备液：0.1 $\text{mg/mL}$ 。

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

#### 5.12.1.3 仪器、设备

5.12.1.3.1 原子荧光光度计。

5.12.1.3.2 砷空心阴极灯。

#### 5.12.1.4 校准曲线的绘制

5.12.1.4.1 分别移取 0.00 $\text{mL}$ （空白）、2.00 $\text{mL}$ 、4.00 $\text{mL}$ 、6.00 $\text{mL}$ 、8.00 $\text{mL}$ 、10.00 $\text{mL}$  砷标准溶液于六个 100 $\text{mL}$  容量瓶中，分别加入 10 $\text{mL}$  盐酸，20 $\text{mL}$  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 0μg/L、20μg/L、40μg/L、60μg/L、80μg/L、100μg/L。

5.12.1.4.2 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。

5.12.1.4.3 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、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。

### 5.12.1.5 试验步骤

#### 5.12.1.5.1 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24h，然后用水冲洗干净备用。

#### 5.12.1.5.2 测定

称取约3g液体试样或1g固体试样，精确至0.2mg，置于100mL烧杯中。加入30mL水、1mL硝酸溶液（1+1），盖上表面皿煮沸约1min，冷至室温后转移至100mL容量瓶中，分别加入5mL盐酸，10mL硫脲溶液，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得出砷的质量浓度。

#### 5.12.1.6 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：

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中：

$\rho$ ——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（μg/L）；

$V$ ——试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=100$ ）；

$m$ ——试料的的质量的数值，单位为克（g）。

#### 5.12.1.7 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0.00005%。

### 5.12.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法

#### 5.12.2.1 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 510nm 处测其吸光度。

#### 5.12.2.2 试剂或材料

##### 5.12.2.2.1 无砷锌粒。



- 5.12.2.2.2 三氯甲烷。
- 5.12.2.2.3 硫酸铜 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 溶液: 20g/L。
- 5.12.2.2.4 碘化钾溶液: 150g/L。
- 5.12.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液。
- 5.12.2.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液: 称取 1.0g 二乙基二硫代氨基甲酸银, 研碎后, 边研磨边加入 100mL 三氯甲烷。然后加入 18mL 三乙基胺, 再用三氯甲烷稀释至 1000mL, 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。
- 5.12.2.2.7 砷标准贮备液: 0.1mg/mL。
- 5.12.2.2.8 砷标准溶液: 1 $\mu\text{g}$ /mL。移取 10.00mL 砷标准贮备液于 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。移取 10.00mL 此溶液置于 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液现用现配。
- 5.12.2.2.9 乙酸铅棉花。

### 5.12.2.3 仪器、设备

- 5.12.2.3.1 分光光度计: 带有 1cm 吸收池。
- 5.12.2.3.2 定砷器: 符合 GB/T 610—2008 中 4.2.2.3 的规定。

### 5.12.2.4 校准曲线的绘制

- 5.12.2.4.1 在六个干燥的定砷瓶中, 依次加入 0.00mL (空白)、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 砷标准溶液, 再依次加入 30mL、29mL、28mL、27mL、26mL、25mL 水使溶液总体积为 30mL。
- 5.12.2.4.2 在各定砷瓶中加入 20mL 氯化亚锡盐酸溶液、5mL 碘化钾溶液和 1mL 硫酸铜溶液, 摇匀。此时溶液中的酸度 (以 H<sup>+</sup> 计) 应在 1.8mol/L~2.6mol/L 之间。于暗处放置 30min~40min, 加 5g 无砷锌粒于定砷瓶中, 立即将塞有乙酸铅棉花、盛有 5.0mL 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 25min~35min (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 5.0mL, 混匀。
- 5.12.2.4.3 用分光光度计在波长 510nm 处, 用 1cm 吸收池, 以试剂空白为参比测定吸光度。
- 5.12.2.4.4 以测得的吸光度为纵坐标, 对应的砷的质量 ( $\mu\text{g}$ ) 为横坐标, 绘制校准曲线或计算回归方程。

### 5.12.2.5 测定

称取约 10g 液体试样或 3g 固体试样, 精确至 0.2mg, 置于 100mL 蒸发皿中。加入 10mL 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 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液为试液 D。

移取 10mL 试液 D 于定砷瓶中, 加入 20mL 水。然后按校准曲线的绘制中的 5.10.2.4.2~5.10.2.4.3 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。

### 5.12.2.6 结果计算

砷含量以质量分数  $w_6$  计, 数值以 % 表示, 按式 (12) 计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 V/V_D} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

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（ $\mu\text{g}$ ）；

$m_0$ ——试料的质量的数值，单位为克（ $\text{g}$ ）；

$V$ ——移取试液D的体积的数值，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）（ $V=10$ ）；

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

### 5.12.2.7 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 0.00005%。

## 5.13 铅含量的测定

### 5.13.1 方法提要

向试样中加入二乙基二硫代胺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283.3nm处测定吸光度，求出铅含量。

### 5.13.2 试剂或材料

5.13.2.1 4-甲基-2戊酮。

5.13.2.2 硝酸溶液：1+1。

5.13.2.3 盐酸溶液：1+3。

5.13.2.4 氨水溶液：1+1。

5.13.2.5 柠檬酸铵溶液：500g/L。

5.13.2.6 硫酸铵溶液：400g/L。

5.13.2.7 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液：100g/L。

5.13.2.8 铅标准贮备溶液：0.1mg/mL。

5.13.2.9 铅标准溶液：10 $\mu\text{g}$ /mL。移取 10.00mL 铅标准贮备溶液于 100mL 容量瓶中，加入 15mL 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 铅空心阴极灯。

### 5.13.4 校准曲线的绘制

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

5.13.4.2 加入 3mL 柠檬酸铵溶液及 15mL 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 3mL 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液并混合均匀。

5.13.4.3 静置 3min 后，移入分液漏斗中。依次加入 25.00mL 4-甲基-2戊酮，混摇 2min，再静置 10min 后，弃去水层，将萃取液收集于干燥的容量瓶中。

5.13.4.4 在仪器的最佳工作条件下，于波长 283.3nm 处，以试剂空白调零，测其吸光度。

5.13.4.5 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。

### 5.13.5 测定

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

5.13.5.2 按 5.13.4.2~5.13.4.3 操作制得萃取液（此萃取液也用于镉含量的测定）。

5.13.5.3 在仪器的最佳工作条件下，于波长 283.3nm 处，以试剂空白调零，测其吸光度。

#### 5.13.6 结果计算

铅含量以质量分数  $w_7$  计，数值以 % 表示，按式（13）计算：

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

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（ $\mu\text{g}$ ）；

$m_0$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

#### 5.13.7 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 0.0001 %。

### 5.14 镉含量的测定

#### 5.14.1 方法提要

向试样中加入二乙基二硫代胺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 228.8nm 处测定镉原子的吸光度，求出镉含量。

#### 5.14.2 试剂或材料

5.14.2.1 4-甲基-2 戊酮。

5.14.2.2 氨水溶液：1+1。

5.14.2.3 盐酸溶液：1+3。

5.14.2.4 硝酸溶液：1+1。

5.14.2.5 柠檬酸铵溶液：500g/L。

5.14.2.6 硫酸铵溶液：400g/L。

5.14.2.7 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液：100g/L。

5.14.2.8 镉标准贮备溶液：0.1mg/mL。

5.14.2.9 镉标准溶液：5 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 5.00mL 镉标准贮备溶液置于 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。

#### 5.14.3 仪器、设备

5.14.3.1 原子吸收光谱仪。

5.14.3.2 镉空心阴极灯。

#### 5.14.4 校准曲线的绘制

5.14.4.1 分别移取 0.00mL（空白）、0.50mL、1.50mL、2.50mL 镉标准溶液于 100mL 烧杯中，加入 1mL 硝酸溶液，加水至约 30mL。此系列溶液中镉含量分别为 0.00μg、2.50μg、7.50μg、12.50μg。

5.14.4.2 加入 3mL 柠檬酸铵溶液及 15mL 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 3mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液并混合均匀。

5.14.4.3 静置 3min 后，转移至分液漏斗中。加入 25.00mL 4-甲基-2 戊酮，混摇 2min 后静置 10min 后，弃去水层，将萃取液收集于干燥的容量瓶中。

5.14.4.4 在仪器最佳工作条件下，于 228.8nm 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。

5.14.4.5 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。

#### 5.14.5 试验步骤

将 5.11.5.2 制得的萃取液在仪器最佳工作条件下，于 228.8nm 波长处，以试剂空白调零，测其吸光度。

#### 5.14.6 结果计算

镉含量以质量分数  $w_8$  计，数值以 % 表示，按式（14）计算：

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

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）。

#### 5.14.7 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 0.00005%。

### 5.15 汞含量的测定

#### 5.15.1 原子荧光光谱法

##### 5.15.1.1 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（ $\text{KBH}_4$ ）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。

##### 5.15.1.2 试剂或材料

5.15.1.2.1 盐酸。

5.15.1.2.2 硝酸溶液：1+1。

5.15.1.2.3 硝酸溶液：1+4。

5.15.1.2.4 盐酸溶液：1+19。

5.15.1.2.5 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取 2.5g 氢氧化钠和 10.0g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶

解并稀释至 1000mL，该溶液现用现配。

5.15.1.2.6 汞标准贮备溶液：0.1mg/mL。

5.15.1.2.7 汞标准溶液 I：5μg/mL。移取 5mL 汞标准贮备溶液于 100mL 容量瓶中，加入 0.05g 重铬酸钾、5mL 硝酸，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.15.1.2.8 汞标准溶液 II：0.05μg/mL。移取 1mL 汞标准溶液 I 置于 100mL 容量瓶中，加入 0.05g 重铬酸钾、5mL 硝酸，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

### 5.15.1.3 仪器、设备

5.15.1.3.1 原子荧光光度计。

5.15.1.3.2 汞空心阴极灯。

### 5.15.1.4 校准曲线的绘制

5.15.1.4.1 分别移取 0.00mL（空白）、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 汞标准溶液 II 于六个 100mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸，稀释至刻度，摇匀。此系列溶液中汞含量分别为 0μg/L、1μg/L、2μg/L、3μg/L、4μg/L、5μg/L。

5.15.1.4.2 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。

5.15.1.4.3 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。

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。

### 5.15.1.5 试验步骤

#### 5.15.1.5.1 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 24h，然后用水冲洗干净备用。

#### 5.15.1.5.2 测定

称取约 1g 液体试样或 0.5g 固体试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 烧杯中，加 30mL 水、1mL 硝酸溶液（1+1），盖上表面皿煮沸约 1min，冷至室温后转移至 100mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。按 5.13.1.4.2 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。

### 5.15.1.6 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：

$$w_9 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中：

$\rho$ ——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（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）。

#### 5.15.1.7 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 0.000005%。

### 5.16 铬含量的测定

#### 5.16.1 方法提要

采用电加热原子吸收光谱法，在波长429.0nm处测定铬原子的吸光度，求出铬含量。

#### 5.16.2 试剂与材料

5.16.2.1 硝酸溶液：1+1。

5.16.2.2 铬标准贮备溶液：0.1mg/mL。

5.16.2.3 铬标准溶液：1 $\mu$ g/mL。移取 10.00mL 铬标准贮备溶液于 1000mL 容量瓶中，加入 20mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

#### 5.16.3 仪器、设备

5.16.3.1 原子吸收光谱仪：配有铬空心阴极灯。

5.16.3.2 微量进液装置：装有按钮式 5 $\mu$ L~500 $\mu$ L 微量液体流量计或自动进样器。

5.16.3.3 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。

5.16.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

#### 5.16.4 校准曲线的绘制

5.16.4.1 分别移取 0.00mL（空白）、1.00mL、2.00mL、3.00mL 铬标准溶液于四个 50mL 容量瓶中，加 1mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

5.16.4.2 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 429.0nm 处测其吸光度。

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

#### 5.16.5 测定

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

移取5.00mL试液E（如有浑浊，使用中速定量滤纸干过滤）置于50mL容量瓶中，按5.16.4.2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。

#### 5.16.6 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：

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

式中：

$\rho$ ——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（ $\mu\text{g/L}$ ）；

$V$ ——测定时试样溶液体积的数值，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（ $\text{g}$ ）；

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

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

### 5.16.7 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0.0005%。

### 5.17 混凝性能的测定

按照HG/T 4331-2012的规定进行测定。

## 6 检验规则

6.1 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、粘度、密度、盐基度、不溶物、pH值、铁、氨氮指标项目应逐批检验。

6.2 每批产品液体应不超过300t，固体应不超过100t。

6.3 按GB/T 6678规定确定采样单元数。

6.4 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100mL。将所采样品混匀，从中取出约800mL，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。

6.5 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250mL。将所采样品混匀，取出约800mL，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。

6.6 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100g。将所采样品混匀，用四分法缩分至约500g，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。

6.7 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。

6.8 检验结果按GB/T 8170—2008规定的修约值比较法进行判定。

6.9 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。

## 7 标志、包装、运输和贮存

7.1 有机复合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对产品进行腐蚀性判定并依据判定结果确定对应的标志。

7.2 有机复合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。

7.3 有机复合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。

7.4 有机复合聚氯化铝在运输过程中应有遮盖物，避免雨淋、受潮。

7.5 有机复合聚氯化铝应贮存在通风干燥的库房内，产品贮存期为六个月。

---