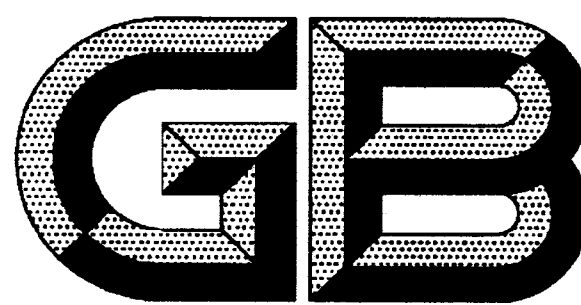




中华人民共和国国家标准



水处理剂 硫酸铝

Water treatment chemicals—Aluminum sulfate

2014-12-22 发布

2015-10-01 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

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 分子式和分子量	1
4 产品分类	1
5 要求	1
6 试验方法	2
7 检验规则	16
8 标志、标签和包装	16

SUZHOU_SZZJ 专用

前 言

本标准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。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、太仓市新星轻工助剂厂、衡阳市建衡实业有限公司、上海高桥大同净水材料有限公司、广东慧信环保有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院燕山分院、海南宜净环保有限公司、江苏天瑞仪器股份有限公司、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:白莹、陶福棠、何朝晖、欧国华、谭铭卓、郦和生、朱传俊、潘文秀、徐洁、李琳、郑建明。

水处理剂 硫酸铝

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。

1 范围

本标准规定了硫酸铝的要求、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用硫酸铝。该产品主要用于饮用水及工业用水、废水和污水处理,其中用于饮用水的原料硫酸应采用工业硫酸,含铝原料应采用工业氢氧化铝。

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 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 6680 液体化工产品采样通则

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

3 分子式和分子量

分子式: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量[以 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 计]:342.15(按 2011 年国际相对原子质量)

4 产品分类

硫酸铝按用途分为两类:

——Ⅰ类:饮用水用。

——Ⅱ类:工业用水、废水和污水用。

5 要求

5.1 外观:Ⅰ类固体产品为白色至淡黄色片状、块状和粉末状固体,液体产品为无色至淡黄色透明液体;Ⅱ类固体产品为淡绿色或淡黄色片状、块状和粉末状固体,液体产品为淡绿色或淡黄色液体。

5.2 硫酸铝按相应的试验方法测定应符合表 1 要求。

表 1

指标项目	指标				试验方法	
	I 类		II 类			
	固体	液体	固体	液体		
氧化铝(Al ₂ O ₃)的质量分数/%	≥	15.60	7.80	15.60	6.50	6.2
铁(Fe) 的质量分数/%	≤	0.20	0.05	1.00	0.50	6.3
水不溶物的质量分数/%	≤	0.10	0.05	0.20	0.10	6.4
pH 值(1%水溶液)	≥	3.0				6.5
砷(As) 的质量分数/%	≤	0.000 2	0.000 1	0.001	0.000 5	6.6
铅(Pb) 的质量分数/%	≤	0.000 6	0.000 3	0.005	0.002	6.7
镉(Cd) 的质量分数/%	≤	0.000 2	0.000 1	0.003	0.001	6.8
汞(Hg) 的质量分数/%	≤	0.000 02	0.000 01	0.000 1	0.000 05	6.9
铬(Cr)的质量分数/%	≤	0.000 5	0.000 3	0.005	0.002	6.10

6 试验方法

6.1 通则

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 的规定制备。

6.2 氧化铝含量的测定

6.2.1 方法提要

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠溶液反应,生成络合物。在 pH 值约为 6 时,用二甲酚橙为指示剂,以氯化锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠溶液。

6.2.2 试剂和材料

- 6.2.2.1 水:符合 GB/T 6682 中三级水规格。
- 6.2.2.2 盐酸溶液:1+1。
- 6.2.2.3 乙酸钠溶液:272 g/L。
- 6.2.2.4 氯化锌标准贮备溶液: $c(\text{ZnCl}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 6.2.2.5 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)=0.025 \text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601 配制后稀释 4 倍。
- 6.2.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。
- 6.2.2.7 二甲酚橙指示液:2 g/L。

6.2.3 分析步骤

6.2.3.1 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 250 mL 烧杯中。加 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液加热溶解并煮沸 5 min(必要时过滤),冷却后全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液 A,供氧化铝和铁含量的测定。

6.2.3.2 空白试液的制备

在 250 mL 烧杯中加入 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液,加热并煮沸 5 min。冷却后全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.2.3.3 测定

移取 20 mL 试液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 20.00 mL EDTA 溶液,煮沸 1 min。冷却后加入 5 mL 乙酸钠溶液和两滴二甲酚橙指示液。用氯化锌标准滴定溶液滴定至浅粉红色。

同时做空白试验。

6.2.4 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(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 - 0.9128w_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V_0 ——滴定空白时消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——滴定试样时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)[$M(\text{Al}_2\text{O}_3)=101.86$];
- 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)($V_1=20$);
- V_A ——试液 A 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_A=500$);
- 0.9128 ——铁(Fe)换算成氧化铝(Al_2O_3)的系数;
- w_2 ——6.3 测出的铁(Fe)的质量分数。

6.2.5 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 0.02%。

6.3 铁含量的测定

6.3.1 方法提要

用抗坏血酸将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH 值 2~9 时,二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物,在最大吸收波长(510 nm)处,用分光光度计测其吸光度。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 水:符合 GB/T 6682 中三级水规格。

6.3.2.2 盐酸溶液:1+1。

6.3.2.3 氨水溶液:1+3。

6.3.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。

6.3.2.5 抗坏血酸溶液:20 g/L。称取 10.0 g 抗坏血酸溶于约 200 mL 水中,加入 0.20 g 乙二胺四乙酸二钠及 8 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,备用,保存期为 15 d。

6.3.2.6 邻菲罗啉溶液:2 g/L。溶解 0.5 g 盐酸邻菲罗啉(一水合物)($C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$)于水中并稀释至 100 mL。或将 0.42 g 邻菲罗啉(一水合物)($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶于含有两滴盐酸的 100 mL 水中。此溶液储存在暗处,可稳定放置一周。

6.3.2.7 铁标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.3.2.8 铁标准溶液:1 mL 含有 0.01 mg Fe。移取 10 mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,此溶液现用现配。

6.3.3 仪器、设备

分光光度计:带有光程为 3 cm 的吸收池。

6.3.4 校准曲线的绘制

分别取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于 7 个 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,用盐酸溶液调 pH 值接近 2,加 3.0 mL 抗坏血酸溶液,10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,用分光光度计于 510 nm 处,以试剂空白调零测其吸光度。以测得的吸光度为纵坐标,相对应的铁含量(mg)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

6.3.5 分析步骤

移取适量体积的试液 A,置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,用盐酸溶液或氨水溶液调 pH 接近 2,加 3.0 mL 抗坏血酸溶液,10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,用分光光度计于 510 nm 处,以试剂空白调零测其吸光度。

6.3.6 结果计算

铁(Fe)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m V_1 / V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试液的吸光度,由回归方程计算出的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_A ——试液 A 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_A=500$)。

6.3.7 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 0.005%。

6.4 水不溶物含量的测定

6.4.1 方法提要

用水溶解试样,用坩埚式过滤器过滤,残渣干燥后称量。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 水:符合 GB/T 6682 中三级水规格。

6.4.2.2 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L。

6.4.3 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径为 $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

6.4.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解。趁热用已于 $105\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的坩埚式过滤器过滤,用热水洗涤至无硫酸根离子为止(用氯化钡溶液检验)。于 $105\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$ 下干燥至恒量。

6.4.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

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

式中:

m_2 ——坩埚式过滤器连同水不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——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)。

6.4.6 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 0.005%。

6.5 pH 值的测定

6.5.1 方法提要

试样溶于水,用配有玻璃测量电极和甘汞参比电极的酸度计测量试验溶液的 pH 值。

6.5.2 仪器、设备

酸度计:分度值 0.01pH 单位,配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极或复合电极。

6.5.3 分析步骤

称取 $(1.00 \pm 0.01)\text{g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加约 50 mL 不含二氧化碳的水溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。将试样溶液倒入烧杯中,在已定位的酸度计上测其 pH 值。

6.6 砷含量的测定

6.6.1 原子荧光光谱法

6.6.1.1 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。

6.6.1.2 试剂和材料

6.6.1.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

6.6.1.2.2 盐酸:优级纯。

6.6.1.2.3 硝酸:优级纯。

6.6.1.2.4 硫脲溶液:100 g/L。

6.6.1.2.5 盐酸溶液:1+49。

6.6.1.2.6 硝酸溶液:1+1。

6.6.1.2.7 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 2.0 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,贮存于聚乙烯瓶中。

6.6.1.2.8 砷标准储备液:0.1 mg/mL。

6.6.1.2.9 砷标准溶液:移取 10.00 mL 砷标准储备液于 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。此溶液 1.00 mL 含 1 μgAs 。

6.6.1.3 仪器、设备

6.6.1.3.1 原子荧光光谱仪:配有砷空心阴极灯。

6.6.1.3.2 玻璃仪器:均需用硝酸溶液浸泡 24 h 以上,用水冲洗后备用。

6.6.1.4 校准曲线的绘制

6.6.1.4.1 分别取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液于 6 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸,20 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 0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 、60.0 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 。

6.6.1.4.2 以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂,盐酸溶液为载流溶液,在仪器的最佳工作条件下,测其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标,相对应的砷的质量浓度($\mu\text{g/L}$)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。

6.6.1.5 分析步骤

称取约 2.5 g 液体试样或 1 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,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 10 mL 盐酸,20 mL 硫脲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按 6.6.1.4.2 的步骤进行测定,由校准曲线或回归方程得出砷的质量浓度。

6.6.1.6 结果计算

砷含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

ρ ——根据测定的试验溶液的荧光值,由校准曲线或回归方程得出的砷的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——测定时试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.6.1.7 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%。

6.6.2 DDTC 银法

6.6.2.1 方法提要

在酸性介质中,将砷还原成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液吸收砷化氢气体,形成紫红色物质,在 510 nm 处测其吸光度。

6.6.2.2 试剂和材料

6.6.2.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

6.6.2.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.6.2.2.3 无砷锌粒。

6.6.2.2.4 三氯甲烷。

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

6.6.2.2.6 碘化钾溶液:150 g/L。

6.6.2.2.7 氯化亚锡盐酸溶液。

6.6.2.2.8 硫酸铜溶液:20 g/L。

6.6.2.2.9 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液: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。

6.6.2.2.10 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.6.2.2.11 砷标准溶液: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。1.00 mL 含 0.001 mgAs。

6.6.2.2.12 乙酸铅棉花。

6.6.2.3 仪器、设备

6.6.2.3.1 分光光度计。

6.6.2.3.2 定砷器:符合 GB/T 610—2008 中 4.2.2.3 的规定。

6.6.2.4 分析步骤

6.6.2.4.1 试样溶液的制备

称取约 25 g 液体试样或 12.5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸溶液 5 mL,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此为试液 B,供测 As、Pb、Cd、Hg、Cr 使用。

6.6.2.4.2 校准曲线的绘制

6.6.2.4.2.1 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。

6.6.2.4.2.2 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 无砷锌粒于定砷器中,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。

6.6.2.4.2.3 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。

6.6.2.4.2.4 以测得的吸光度为纵坐标,相对应的砷含量(mg)为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.6.2.4.3 测定

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 6.6.2.4.2.2、6.6.2.4.2.3 步骤操作,测定吸光度。

6.6.2.5 结果计算

砷含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m ——由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_1 ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=10$);

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

6.6.2.6 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%。

6.7 铅含量的测定

6.7.1 电加热式原子吸收光谱法

6.7.1.1 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。

6.7.1.2 试剂和材料

6.7.1.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

6.7.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.7.1.2.3 铅标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.7.1.2.4 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 0.001 mgPb。

6.7.1.3 仪器、设备

6.7.1.3.1 原子吸收光谱仪。

6.7.1.3.2 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。

6.7.1.3.3 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。

6.7.1.3.4 发热炉:石墨或耐高温金属制。

6.7.1.3.5 铅空心阴极灯。

6.7.1.4 分析步骤

6.7.1.4.1 分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准溶液于 4 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($\mu\text{g/L}$)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。

6.7.1.4.2 移取适量体积的试液 B,按 6.7.1.4.1 操作,测定。由校准曲线或回归方程得出铅的质量浓度。

6.7.1.5 结果计算

铅含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ ——试样中铅的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

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 B 的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

6.7.1.6 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 05%。

6.7.2 火焰原子吸收光谱法

6.7.2.1 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 283.3 nm 处测定吸光度,求出铅含量。

6.7.2.2 试剂和材料

6.7.2.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

6.7.2.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.7.2.2.3 4-甲基-2 戊酮。

6.7.2.2.4 氨水溶液:1+5。

6.7.2.2.5 盐酸溶液:1+3。

6.7.2.2.6 柠檬酸铵溶液:500 g/L。

6.7.2.2.7 硫酸铵溶液:400 g/L。

6.7.2.2.8 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液:100 g/L。

6.7.2.2.9 铅标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.7.2.2.10 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 2 mL 硝酸溶液,用

水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mgPb。

6.7.2.3 仪器、设备

6.7.2.3.1 原子吸收光谱仪。

6.7.2.3.2 铅空心阴极灯。

6.7.2.4 分析步骤

6.7.2.4.1 称取约 5 g 液体试样或 2.5 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。

6.7.2.4.2 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 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液并混合均匀。

6.7.2.4.3 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。

6.7.2.4.4 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。

6.7.2.4.5 分别移取 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 铅标准溶液于 100 mL 烧杯中,加水至约 30 mL。以下按 6.7.2.4.2~6.7.2.4.4 操作。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铅含量(mg)为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.7.2.5 结果计算

铅含量以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m ——由校准曲线或回归方程得出的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)。

6.7.2.6 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 05%。

6.8 镉含量的测定

6.8.1 电加热式原子吸收光谱法

6.8.1.1 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。

6.8.1.2 试剂和材料

6.8.1.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

6.8.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.8.1.2.3 镉标准贮备液:0.1 mg/1 mL。

6.8.1.2.4 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 1 mL 含 0.1 μ gCd。该溶液现用现配。

6.8.1.3 仪器、设备

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

6.8.1.3.2 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。

6.8.1.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

6.8.1.3.4 镉空心阴极灯。

6.8.1.4 分析步骤

6.8.1.4.1 分别移取 $0.00\ \text{mL}$ 、 $0.50\ \text{mL}$ 、 $1.00\ \text{mL}$ 、 $1.50\ \text{mL}$ 镉标准溶液于 4 个 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中,加 $1\ \text{mL}$ 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 $228.8\ \text{nm}$ 处测其吸光度。以镉标准溶液的质量浓度($\mu\text{g/L}$)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。

6.8.1.4.2 移取适量体积的试液 B,按 6.8.1.4.1 操作,测定。由校准曲线或回归方程得出镉的质量浓度。

6.8.1.5 结果计算

镉含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

ρ ——试样中镉的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

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 B 的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

6.8.1.6 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不大于 $0.000\ 005\%$ 。

6.8.2 火焰原子吸收光谱法

6.8.2.1 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 $228.8\ \text{nm}$ 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度,求出镉含量。

6.8.2.2 试剂和材料

6.8.2.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

6.8.2.2.2 4-甲基-2 戊酮。

6.8.2.2.3 氨水溶液:1+5。

6.8.2.2.4 盐酸溶液:1+3。

6.8.2.2.5 硝酸溶液:1+1。

6.8.2.2.6 柠檬酸铵溶液:500 g/L。

6.8.2.2.7 硫酸铵溶液:400 g/L。

6.8.2.2.8 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液:100 g/L。

6.8.2.2.9 镉标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.8.2.2.10 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 2 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mgCd。

6.8.2.3 仪器、设备

6.8.2.3.1 原子吸收光谱仪。

6.8.2.3.2 镉空心阴极灯。

6.8.2.4 分析步骤

6.8.2.4.1 称取约 5 g 液体试样或 2.5 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。

6.8.2.4.2 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 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液并混合均匀。

6.8.2.4.3 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。

6.8.2.4.4 在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以试剂空白调零,测其吸光度。

6.8.2.4.5 分别移取 0.00 mL、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 6.8.2.4.2~6.8.2.4.4 操作。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量(mg)为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.8.2.5 结果计算

镉含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

m ——由校准曲线或回归方程得出的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)。

6.8.2.6 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 汞含量的测定

6.9.1 原子荧光光谱法

6.9.1.1 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(KBH_4)还原成原子态汞,由载气(氩气)带入原子器中,在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。

6.9.1.2 试剂和材料

6.9.1.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

6.9.1.2.2 硝酸:优级纯。

6.9.1.2.3 盐酸:优级纯。

6.9.1.2.4 硝酸溶液:1+1。

6.9.1.2.5 盐酸溶液:1+49。

6.9.1.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 3.0 g 氢氧化钠和 0.5 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。

6.9.1.2.7 汞标准贮备溶液(I):0.1 mg/mL。

6.9.1.2.8 汞标准贮备溶液(II):移取 5 mL 汞标准贮备溶液(I)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 1 mL 含 5 μgHg 。该溶液现用现配。

6.9.1.2.9 汞标准溶液:临用时移取 1 mL 汞标准贮备溶液(II)置于 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 1 mL 含 0.05 μgHg 。该溶液现用现配。

6.9.1.3 仪器、设备

6.9.1.3.1 原子荧光光谱仪:配有汞空心阴极灯。

6.9.1.3.2 玻璃仪器:均需用硝酸(1+1)浸泡 24 h 以上,用水冲洗干净后备用。

6.9.1.4 校准曲线的绘制

6.9.1.4.1 分别取 0.00 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、10.0 mL 汞标准溶液于 5 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 硝酸,稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中汞的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、2.0 $\mu\text{g/L}$ 、3.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 。

6.9.1.4.2 以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂,盐酸溶液为载流溶液,在仪器的最佳工作条件下,测其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标,相对应的汞的质量浓度($\mu\text{g/L}$)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

6.9.1.5 测定

称取约 1 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,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 硝酸,用水稀释至刻度,摇匀。按 6.9.1.4.2 的步骤进行测定,由校准曲线或回归方程得出汞含量。

6.9.1.6 结果计算

汞含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

ρ ——根据测定的试验溶液的荧光值,由校准曲线或回归方程得出的汞的质量浓度的数值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——测定时试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.9.1.7 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%。

6.9.2 冷原子吸收法

6.9.2.1 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。

6.9.2.2 试剂和材料

6.9.2.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

6.9.2.2.2 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。

6.9.2.2.3 硫酸(优级纯)溶液:1+71。

6.9.2.2.4 盐酸(优级纯)溶液:1+11。

6.9.2.2.5 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

6.9.2.2.6 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

6.9.2.2.7 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。

6.9.2.2.8 汞标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.9.2.2.9 汞标准溶液:移取 10 mL 汞标准贮备液于 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸溶液稀释至刻度,摇匀。再移取 10 mL 该溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸溶液稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.001 mgHg。

6.9.2.3 仪器、设备

6.9.2.3.1 原子吸收光谱仪或测汞仪。

6.9.2.3.2 汞空心阴极灯。

6.9.2.4 分析步骤

6.9.2.4.1 校准曲线的绘制

在 7 个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、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汽为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生汞蒸汽的吸光度。

以测得的吸光度为纵坐标,相对应的汞含量(mg)为横坐标,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.9.2.4.2 测定

移取适量体积的试液 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汽的吸光度。

6.9.2.5 结果计算

汞含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m ——由校准曲线或回归方程得到的汞的质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

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 0.000 002%。

6.10 铬含量的测定

6.10.1 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。

6.10.2 试剂与材料

6.10.2.1 水:符合 GB/T 6682 中三级水规格。

6.10.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.10.2.3 铬标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.10.2.4 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 0.001 mgCr。

6.10.3 仪器、设备

6.10.3.1 原子吸收光谱仪。

6.10.3.2 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。

6.10.3.3 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。

6.10.3.4 发热炉:石墨或耐高温金属制。

6.10.3.5 铬空心阴极灯。

6.10.4 分析步骤

6.10.4.1 分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铬标准溶液于 4 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($\mu\text{g/L}$)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。

6.10.4.2 移取适量体积的试液 B,按 6.10.4.1 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。

6.10.5 结果计算

铬含量以质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

ρ ——试样中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 B 的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

6.10.6 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,Ⅰ类产品每一个月至少进行一次型式检验,Ⅱ类产品每三个月至少进行一次型式检验。其中氧化铝(Al_2O_3)含量、铁(Fe)含量、水不溶物含量、pH 值应逐批检验。

7.2 每批产品不超过 150 t。

7.3 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

7.4 固体产品采样时,先去掉包装袋上层约 30 cm 厚的料层,用采样工具从每袋中间抽取不少于 100 g 样品,将采出的样品迅速破碎至约 10 mm 以下,混匀,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

7.5 液体产品按 GB/T 6680 的规定采样,从贮槽、船舱、槽车的顶部进口插入液层的上、中、下三部分或从出料口分前、中、后三段采取 500 mL 以上样品,混合均匀。取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

7.6 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。

7.7 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7.8 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核验,核验结果仍有一项不符合本标准要求时,该批产品为不合格。

8 标志、标签和包装

8.1 硫酸铝产品包装袋上应有牢固清晰的标志,注明:生产厂名称、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、商标和本标准编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的硫酸铝产品都应附有质量检验报告及质量合格证。

8.3 硫酸铝固体产品采用内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋或复合塑料编织袋包装。硫酸铝液体产品采用无害、耐腐蚀材料包装。

8.4 硫酸铝产品在运输过程中应防止雨淋、受潮,并避免有毒物品的污染。

8.5 硫酸铝产品应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。产品贮存期为一年。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水处理剂 硫酸铝
GB 31060—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

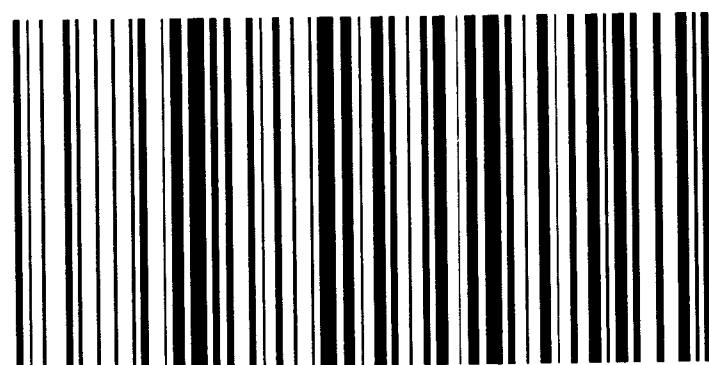
2015年1月第一版

*

书号: 155066 • 1-19981

版权专有 侵权必究

定 价: 24元



GB 31060-2014