ICS 71.100.80

G 77



中华人民共和国国家标准

GB 10531—201X

|  |
| --- |
| 代替 GB 10531－2006 |

水处理剂 硫酸亚铁

Water treatment chemicals—Ferrous sulphate

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

|  |
| --- |
|  |
| （本稿完成日期：2015-7-25） |

1. 201X - XX - XX发布

201X - XX - XX实施



* + - * 1. 目  次

[前言 II](#_Toc426091764)

[1　范围 1](#_Toc426091765)

[2　规范性引用文件 1](#_Toc426091766)

[3　分子式 1](#_Toc426091767)

[4　产品分类 1](#_Toc426091768)

[5　要求 1](#_Toc426091769)

[6　试验方法 2](#_Toc426091770)

[6.1　通则 2](#_Toc426091771)

[6.2　硫酸亚铁（FeSO4·7H2O）含量的测定 2](#_Toc426091772)

[6.3　二氧化钛（TiO2）含量的测定 3](#_Toc426091773)

[6.4　不溶物含量的测定 6](#_Toc426091774)

[6.5　游离酸（以H2SO4计）含量的测定 6](#_Toc426091775)

[6.6　砷（As）含量的测定 7](#_Toc426091776)

[6.7　铅含量的测定 8](#_Toc426091777)

[6.8　镉含量的测定 9](#_Toc426091778)

[6.9　汞含量的测定 10](#_Toc426091779)

[6.10　铬含量的测定 13](#_Toc426091780)

[7　检验规则 14](#_Toc426091781)

[8　标志、标签和包装 14](#_Toc426091782)

前  言

本标准表1中Ⅰ类产品指标为强制性，其他内容为推荐性。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准代替GB 10531-2006《水处理剂 硫酸亚铁》，与GB 10531-2006相比主要技术变化如下：

——增加了镉、汞、铬等指标（见5.2，2006版的4.2）；

——将砷斑法修改为原子荧光光谱法（见6.6，2006版的5.5）。

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/TC63/SC5）归口。

本标准负责起草单位：。

本标准参加起草单位：。

本标准主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 10531-1989、GB 10531-2006。

* + - * 1. 水处理剂 硫酸亚铁

**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。本标准所使用的异丙醇易燃，具刺激性，操作时应在通风橱内进行。**

* + - 1. 范围

本标准规定了水处理剂 硫酸亚铁的分类、要求、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 硫酸亚铁。该产品主要作为铁系水处理剂的生产原料使用，也可用于工业用水的处理，其中Ⅰ类产品指钛白粉生产的副产硫酸亚铁。

* + - 1. 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，仅所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 601　化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602-2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备（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　化学试剂　砷测定通用方法（GB/T 610-2008，ISO 6353-1:1982，NEQ）

GB/T 6678-2003 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 6682-2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

* + - 1. 分子式

分子式：FeSO4·7H2O

分子量：277.97（按2013年国际原子量）

* + - 1. 产品分类

水处理剂 硫酸亚铁按用途分为两类：

Ⅰ类：铁系水处理剂的生产原料用；

Ⅱ类：工业用水、废水和污水处理用。

* + - 1. 要求

外观：淡绿色或淡黄绿色结晶。

硫酸亚铁按相应的试验方法测定应符合表1要求。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 指标项目 | 指标 | | 试验  方法 |
| Ⅰ类 | Ⅱ类 |
| 硫酸亚铁（FeSO4·7H2O）的质量分数，% ≥ | 90.0 | 87.0 | 6.2 |
| 二氧化钛（TiO2）的质量分数，% ≤ | 0.75 | 1.00 | 6.3 |
| 不溶物的质量分数，% ≤ | 0.50 | 0.50 | 6.4 |
| 游离酸（以H2SO4计）的质量分数，% ≤ | 1.00 | 2.00 | 6.5 |
| 砷（As）的质量分数，% ≤ | 0.0002 | 0.001 | 6.6 |
| 铅（Pb）的质量分数，% ≤ | 0.0004 | 0.002 | 6.7 |
| 镉（Cd）的质量分数，% ≤ | 0.0001 | 0.0005 | 6.8 |
| 汞（Hg）的质量分数，% ≤ | 0.00002 | 0.0001 | 6.9 |
| 铬（Cr）的质量分数，% ≤ | 0.001 | 0.005 | 6.10 |

* + - 1. 试验方法
  1. 通则

本标准所用试剂，除非另有规定，仅使用分析纯试剂和符合GB/T 6682三级水的规定。

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。

* 1. 硫酸亚铁（FeSO4·7H2O）含量的测定
     1. 方法提要

在酸性介质中，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定，使二价铁氧化成三价铁，以滴定液自身指示终点。

* + 1. 试剂和材料

硫酸溶液：1+1。

磷酸溶液：1+1。

高锰酸钾标准滴定溶液：*c*(1/5KMnO4)约0.1mol/L。

* + 1. 测定

称取约1g试样，精确到0.0002g，置于250mL锥形瓶中，用50mL水溶解。加10mL硫酸溶液和4mL磷酸溶液。以高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色（30s不褪）即为终点。

* + 1. 结果计算

硫酸亚铁含量以质量分数*w*1计，数值以%表示，按式（1）计算：

 (1)

式中：

*V*——滴定时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

*c*——高锰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*——硫酸亚铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[M(Fe2SO4·7H2O)=277.97]；

*m—*—试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + 1. 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0.4%。

* 1. 二氧化钛（TiO2）含量的测定
     1. 金属铝还原法（仲裁法）
        1. 方法提要

试样以浓硫酸和硫酸铵溶解，在二氧化碳气氛下用金属铝将钛（Ⅳ）还原成钛（Ⅲ），还原后的溶液以硫氰酸铵作指示剂，用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定。

* + - 1. 试剂和材料

1. 金属铝片：质量分数不小于99.5%，厚度为0.1mm。
2. 碳酸氢钠饱和溶液。
3. 硫酸铁铵标准滴定溶液：*c*[NH4Fe(SO4)2]=0.06mol/L。
4. 称取30g硫酸铁铵[NH4Fe(SO4)2·12H2O]置于1000mL容量瓶中，加入含30mL硫酸的300mL水溶解。滴加*c*(1/5KMnO4)=0.1mol的高锰酸钾溶液，直至溶液呈粉红色，用水稀释至刻度，并摇匀。如溶液不清，则过滤，用0.19g～0.21g二氧化钛标准参比物质按6.3.1.4规定的操作步骤进行标定。
5. 硫酸铁铵标准滴定溶液的浓度{*c*[NH4Fe(SO4)2]}，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按式（2）计算：

 (2)

式中：

*w（TiO*2*）*——标准参比物质中TiO2质量分数（如TiO2为光谱纯试剂，则*w（TiO2）* 以100%计）；

*m*——二氧化钛标准参比物质的质量的数值，单位为克（g）；

*V*——滴定消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

*M*——二氧化钛的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[*M*=79.86]。

1. 硫氰酸铵指示剂：95g/L溶液。
   * + 1. 仪器、设备

玻璃液封管：见图1（或其它合适的吸收器）。

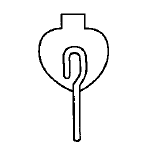


图1：玻璃液封管

* + - 1. 分析步骤

称取预先在105℃～110℃干燥2h的试样0.19g～0.21g，精确至0.0001g。将试样置于500mL锥形瓶中，加入10g硫酸铵、20mL硫酸，摇匀。开始徐徐加热，再强热至试样全部溶解成澄清溶液，冷却后加50mL水、25mL盐酸，摇匀。再加入金属铝片2.5g，装上液封管，塞紧胶塞，并在该管中加入碳酸氢钠饱和溶液至该管体积的2/3左右。待铝片溶完，继续微沸3min～5min，此时溶液变为透明清晰的紫色，在流水中冷却至室温，在这个过程中应随时补加碳酸氢钠饱和溶液（注意不能让其吸入空气）。冷却后移去锥形瓶上的液封管，将其中的碳酸氢钠饱和溶液倒入锥形瓶中，迅速用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定，近终点时加入硫氰酸铵指示剂2mL，继续滴定至淡橙色为止。

* + - 1. 结果计算

二氧化钛含量以质量分数*w*2计，数值以%表示，按式（3）计算：

 (3)

式中：

*V*——滴定时消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

*c*——硫酸铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

*M*——二氧化钛的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[*M*=79.86 ]；

*m—*—试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + 1. 分光光度法
       1. 方法提要

用稀硫酸溶解试样，加入硫磷混酸和过氧化氢使其显色，用分光光度计测定吸光度。

* + - 1. 试剂和材料

1. 二氧化钛：光谱纯。
2. 硫酸溶液：1+1。
3. 硫酸溶液：1+99。
4. 磷酸溶液：1+1。
5. 30%过氧化氢溶液：1+30。
6. 钛标准溶液：1mL含0.2mg TiO2。称取0.2000g二氧化钛置于250mL烧杯中，加入50mL硫酸、30g硫酸铵，充分搅匀，于电炉上徐徐加热再强热至试样完全溶解，冷却后，转移至1000mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。
7. 铁标准溶液：1mL含2mg Fe。称取17.26g硫酸铁铵，用硫酸溶液（1+99）溶解后，移入1000mL容量瓶中，用硫酸溶液（1+99）稀释至刻度，摇匀。
   * + 1. 仪器、设备

分光光度计：带有厚度为3cm的吸收池。

* + - 1. 校准曲线的绘制

校准溶液的配制

在七个100mL容量瓶中，分别加入0（试剂空白溶液）、0.50mL、 1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL钛标准溶液。

显色

每个容量瓶都按下述规定同时同样处理：

加水至约50mL，加10mL硫酸溶液（1+1）、5mL磷酸溶液，摇匀。冷却至室温后，加入5mL过氧化氢溶液，用水稀释至刻度。摇匀。

吸光度的测量

使用分光光度计，在410nm波长下，用3cm吸收池，以水为参比，测量吸光度。

校准曲线的绘制

从每个校准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度，以二氧化钛的含量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

* + - 1. 测定

试液的制备

称取（5.00±0.01）g试样于200mL烧杯中。用硫酸溶液（1+99）溶解后，移入500mL容量瓶中，用硫酸溶液（1+99）稀释至刻度。摇匀。

空白试液的制备

在100mL容量瓶中，用移液管移入10mL铁标准溶液。

显色

移取10mL试液，置于100mL容量瓶中，将试液和空白试液分别按6.3.2.4.2的规定同时同样处理。

吸光度的测定

使用分光光度计，在410nm波长下，用3cm吸收池，以水为参比，测量吸光度。

* + - 1. 结果计算

二氧化钛（TiO2）含量以质量分数*w*2计，数值以%表示，按式（4）计算：

 (4)

式中：

*m*——根据测定的试液的吸光度减去空白试液的吸光度，从工作曲线上查出的（TiO2）的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*V*——移取试液的体积的数值，单位为毫升（*V*=10）；

*V*0——试液的总体积的数值，单位为毫升（*V*0=500）；

*m*0*—*—试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + - 1. 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%。

* 1. 不溶物含量的测定
     1. 试剂和材料

硫酸溶液：1+99。

* + 1. 仪器、设备

坩埚式过滤器：滤板孔径为5μm～15μm。

* + 1. 测定

称量约10g试样，精确到0.01g，置于250mL烧杯中。加入200mL水和2mL硫酸，搅拌。充分溶解后，用预先于105℃～110℃下干燥至恒量的坩埚式过滤器过滤，用硫酸溶液洗涤8次～10次（每次约5mL）。再用水洗涤8次～10次（每次约5mL），于105℃～110℃下干燥至恒量。

* + 1. 结果计算

不溶物含量以质量分数*w*3计，数值以%表示，按式（5）计算：

 (5)

式中：

*m*1——坩埚式过滤器的质量的数值，单位为克（g）；

*m*2——水不溶物连同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）。

* + 1. 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0.04%。

* 1. 游离酸（以H2SO4计）含量的测定
     1. 方法提要

将试样用异丙醇溶解，过滤。以酚酞作指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

* + 1. 试剂和材料

异丙醇。

盐酸溶液：1+7。

氢氧化钠溶液：50g/L。

氢氧化钠标准滴定溶液：*c*(NaOH)=0.05mol/L。

酚酞指示剂：10g/L乙醇溶液。

酸洗石棉：取适量酸洗石棉，加盐酸溶液后煮沸20min。用水洗至中性[用pH试纸检查]。再加氢氧化钠溶液煮沸20min。用水洗至中性[用pH试纸检查]。用水调成稀糊状备用。

* + 1. 仪器、设备

古氏坩埚：25mL。在古氏坩埚筛板上下各均匀地铺1mm～2mm厚的酸洗石棉层，用热水抽滤洗涤至滤出液不含石棉毛絮为止。将此坩埚在105℃～110℃下烘干。

* + 1. 测定

称量约5g试样，精确到0.01g，置于250mL碘量瓶中。加50mL异丙醇，摇动10min。用古氏坩埚过滤。尽可能将硫酸亚铁遗留在瓶中。每次用10mL异丙醇将瓶中的残渣洗涤三次。最后用10mL异丙醇洗涤古氏坩埚。在滤液中加3～4滴酚酞指示剂。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定滤液至出现粉红色即为终点。同时用同样量的异丙醇按同样步骤进行空白试验。

* + 1. 结果计算

游离酸（以H2SO4计）含量以质量分数*w*4计，数值以%表示，按式（6）计算：

 (6)

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）；

*V0*——滴定空白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*——硫酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[*M*（1/2 H2SO4）=49.03]；

*m—*—试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + 1. 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%。

* 1. 砷（As）含量的测定
     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。

* + 1. 试剂和材料

水：GB/T 6682，一级。

盐酸：优级纯。

硝酸：优级纯。

盐酸溶液：1+19。

硝酸溶液：1+1。

硝酸溶液：1+4。

硫脲-抗坏血酸溶液：称取12.5g硫脲和12.5g抗坏血酸于烧杯中，用水溶解并稀释至250mL，摇匀。该溶液含有硫脲50g/L，抗坏血酸50g/L。

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

砷标准贮备液：0.1mg/mL。

砷标准溶液：0.2µg/mL 。移取10.00mL砷标准贮备液于100mL容量瓶中，加5.0mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀。临用时移取此溶液2.00mL置于100mL容量瓶中，加5.0mL盐酸，用水稀释至刻度，混匀。

* + 1. 仪器、设备

原子荧光光度计。

砷空心阴极灯。

* + 1. 校准曲线的绘制

分别取0.00mL（空白）、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL砷标准溶液于五个100mL容量瓶中，分别加入5.0mL盐酸，10mL硫脲-抗坏血酸溶液，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、4µg/L、8µg/L、12µg/L、16µg/L。

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。

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。

* + 1. 分析步骤
       1. 玻璃仪器的预清洗

试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。

* + - 1. 样品的测定

称取约0.5g试样，精确至0.2mg，置于100mL烧杯中，加10mL水、2 mL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5.0mL盐酸，10mL硫脲-抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按6.6.4.2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。

* + 1. 结果计算

砷含量以质量分数*w*5计，数值以%表示，按式(7)计算：

 (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（*μ*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）。

* + 1. 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%。

* 1. 铅含量的测定
     1. 方法提要

用电加热原子吸收光谱法，在波长283.3nm处测定吸光度。

* + 1. 试剂和材料

水，GB/T 6682，一级。

硝酸溶液：1+1。

铅标准贮备液：1mL含0.1mgPb。

铅标准溶液：1.00mL含0.01mgPb。移取10.00mL铅标准贮备液于1000mL容量瓶中，加20mL硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。

* + 1. 仪器、设备

电加热原子吸收光谱仪。

铅空心阴极灯。

* + 1. 分析步骤

称取约（5.00±0.01）g试样，置于250mL烧杯中，加水30mL、硝酸溶液10mL，盖上表面皿煮沸约1min，冷至室温后转移至100mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此为试液A，必要时干过滤。

分别移取5.00mL试液A，置于四个50mL容量瓶中，并依次加入0.00、1.00mL、2.00mL、3.00mL铅标准溶液，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283.3nm处测其吸光度。以加入标准溶液的铅的质量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为所测试样中铅的质量。

* + 1. 结果计算

铅的含量以质量分数*w*6计，按式（8）计算：

 (8)

式中：

*m*——试样中铅的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*V*——移取试液A的体积的数值，单位为毫升（*V*=5）；

*V*A——试液A的总体积的数值，单位为毫升（*V*A=100）；

*m*0——试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + 1. 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0.0002 %。

* 1. 镉含量的测定
     1. 方法提要

用电加热原子吸收光谱法，在波长228.8nm处测定吸光度，求出镉含量。

* + 1. 试剂和材料

硝酸溶液：1＋1。

镉标准贮备液：1mL含0.1mgCd。 称取0.100g金属镉（99.9%以上），精确至0.2mg，置于100mL烧杯中，加20mL硝酸溶液溶解，加热驱除氮氧化物，冷却后移入1000mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

镉标准溶液：1mL含0.0001mgCd。移取10.00mL镉标准贮备液放入1000mL容量瓶中，加20mL硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。再取10.00mL该溶液于100mL容量瓶中，加入2mL硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。此溶液用时现配。

* + 1. 仪器、设备

微量进液装置：装有按钮式5μL～500μL微量液体流量计或自动进样器。

电加热原子吸收光谱：带电加热方式，可进行反向接地补偿。

发热炉：石墨或耐高温金属制。

镉空心阴极灯。

* + 1. 分析步骤

分别移取5.00mL试液A，置于四个50mL容量瓶中，并依次加入0.00、0.5mL、1.0mL、1.50mL镉标准溶液，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228.8nm处测其吸光度。以加入标准溶液的镉的质量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为所测试样中镉的质量。

* + 1. 结果计算

镉的含量以质量分数*w*7计，数值以%表示，按式（9）计算：

 (9)

式中：

*m*——试样中镉的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*V*——移取试液A的体积的数值，单位为毫升（*V*=5）；

*V*A——试液A的总体积的数值，单位为毫升（*V*A=100）；

*m*o——试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + 1. 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%。

* 1. 汞含量的测定
     1. 原子荧光光谱法（仲裁法）

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。

* + - 1. 试剂和材料

1. 水：GB/T 6682，一级。
2. 硝酸：优级纯。
3. 盐酸：优级纯。
4. 硝酸溶液：1+1。
5. 硝酸溶液：1+4。
6. 盐酸溶液：1+19。
7. 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。
8. 汞标准贮备溶液：0.1mg/mL。
9. 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。
10. 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盐酸，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。
    * + 1. 仪器、设备
11. 原子荧光光度计。
12. 汞空心阴极灯。
    * + 1. 校准曲线的绘制
13. 分别取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。
14. 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。
    * + 1. 分析步骤

玻璃仪器的预清洗

试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。

样品的测定

称取约0.5g试样，精确至0.2mg，置于100mL烧杯中，加10mL水、2mL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6.9.1.4.2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。

* + - 1. 结果计算

汞含量以质量分数*w*8计，数值以%表示，按式（10）计算：

 (10)

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）。

* + - 1. 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%。

* + 1. 冷原子吸收法
       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。

* + - 1. 试剂和材料

1. 水：GB/T 6682，一级。
2. 硫酸：优级纯。
3. 硝酸：优级纯。
4. 盐酸：优级纯。
5. 高锰酸钾：优级纯。
6. 硫酸-硝酸混合液：将200mL硫酸缓慢加入300mL水中，同时不断搅拌。冷却后加入100mL硝酸，混匀。
7. 硫酸溶液：1＋71。
8. 盐酸溶液：1＋11。
9. 高锰酸钾溶液：10g/L。
10. 盐酸羟胺溶液：100g/L。
11. 氯化亚锡溶液：50g/L。称取5.0g氯化亚锡，置于200mL烧杯中。加入10mL盐酸溶液及适量水使其溶解，稀释至100mL，混匀。
12. 汞标准贮备液：1mL溶液含0.1mgHg。
13. 汞标准溶液：1mL含0.001mgHg。
    * + 1. 仪器、设备
14. 原子吸收分光光度计或测汞仪。
15. 汞空心阴极灯。
    * + 1. 分析步骤

校准曲线的绘制

在六个50mL容量瓶中，依次加入汞标准溶液0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL，加水至40mL。加入3mL硫酸-硝酸混合液和1mL高锰酸钾溶液，摇匀，静置15min。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253.7nm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。

以汞含量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

测定

移取10mL试液A置于50mL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。

* + - 1. 结果计算

汞的含量以质量分数*w*8计，数值以%表示，按式（11）计算：

 (11)

式中：

*m*——从校准曲线上查得的汞含量的数值，单位为毫克（mg）；

*V*——移取试液A的体积的数值，单位为毫升（*V*=10）；

*V*A——试液A的总体积的数值，单位为毫升（*V*A=100）；

*m*o——试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + - 1. 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0.000002%。

* 1. 铬含量的测定
     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。

* + 1. 试剂和材料

硝酸溶液：1＋1。

铬标准贮备溶液：0.1mg/mL。

铬标准溶液：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1mL含有1µgCr。

* + 1. 仪器、设备

微量进液装置：装有按钮式5μL～500μL微量液体流量计或自动进样器。

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。

发热炉：石墨或耐高温金属制。原子吸收分光光度计。

铬空心阴极灯。

* + 1. 分析步骤

称取约1g试样，精确至0.0002g，置于200mL烧杯中，加10mL水、2mL硝酸溶液，盖上表面皿煮沸约1min，取下冷却，转移至100mL容量瓶中，加水稀至刻度，摇匀。此为试样溶液。

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。采用标准加入法，标准加入的铬标准溶液的浓度依次为0.00µg/L、20.00µg/L、40.00µg/L、60.00µg/L，用微量进液装置将配好的试样溶液及加入的标准溶液一同注入发热炉，经干燥、灰化、原子化后，在429.0nm处测其吸光度。

以加入标准溶液的铬的质量浓度（µg /L）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为所测试样中铬的质量。

* + 1. 结果计算

铬的含量以质量分数*w*9计，数值以%表示，按式（12）计算：

 (12)

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*＝100）；

*m*——试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + 1. 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%。

* + - 1. 检验规则

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，三个月至少进行一次型式检验。其中硫酸亚铁含量、二氧化钛含量、不溶物、游离酸等四项指标应逐批检验。

每批产品质量不得超过60t。

按GB/T 6678的规定确定采样单元数。对于袋装产品，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。对散装产品，从产品散装面积上均匀分布的10个取样点取样，每点取样不得少于100g。将所取试样迅速混匀。按四分法缩分至500g，分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中。瓶上贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存一周备查。

按GB/T 8170中修约值比较法进行判定。

检验结果中如果有一项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。

* + - 1. 标志、标签和包装

硫酸亚铁用内衬塑料袋，外套编织袋的双层包装，内袋扎口（或热合），外袋应牢固封口。本产品也可散装。

包装袋上应标明生产厂名称、产品名称、类别、生产日期、批号、净质量、商标和本标准编号。每袋净质量50Kg。散装产品应在装货清单上注明以上内容。

每批出厂的硫酸亚铁都应附有质量检验报告及质量合格证。

在运输过程中应有遮盖物，避免日晒、雨淋、受潮；并保持包装完整、标志清晰。运输时，应有隔垫或其他防护措施将产品与运输车辆隔离开，防止酸液渗漏导致的腐蚀。

硫酸亚铁应贮存在阴凉、通风干燥的库房内。贮存期6个月。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_