ICS 71.100.80

G 77

中华人民共和国国家标准

GB 14591—201X

|  |
| --- |
| 代替 GB 14591-2006 |

水处理剂 聚合硫酸铁

Water treatment chemicals—Poly ferric sulfate

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](#_Toc425869988)

[1　范围 1](#_Toc425869989)

[2　规范性引用文件 1](#_Toc425869990)

[3　分子式 1](#_Toc425869991)

[4　产品分类 1](#_Toc425869992)

[5　要求 1](#_Toc425869993)

[6　试验方法 2](#_Toc425869994)

[6.1　通则 2](#_Toc425869995)

[6.2　密度的测定（密度计法） 2](#_Toc425869996)

[6.3　全铁含量的测定 2](#_Toc425869997)

[6.4　还原性物质（以Fe2+计）含量的测定 4](#_Toc425869998)

[6.5　盐基度的测定 5](#_Toc425869999)

[6.6　pH值的测定 6](#_Toc425870000)

[6.7　不溶物含量的测定 6](#_Toc425870001)

[6.8　砷含量的测定 7](#_Toc425870002)

[6.9　铅含量的测定 10](#_Toc425870003)

[6.10　镉含量的测定 11](#_Toc425870004)

[6.11　汞含量的测定 12](#_Toc425870005)

[6.12　铬含量的测定 14](#_Toc425870006)

[6.13　锌含量的测定 15](#_Toc425870007)

[6.14　镍含量的测定 16](#_Toc425870008)

[7　检验规则 17](#_Toc425870009)

[8　标志、标签和包装 18](#_Toc425870010)

[9　安全要求 18](#_Toc425870011)

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 14591-2006《水处理剂 聚合硫酸铁》，与GB 14591-2006相比主要技术变化如下：

——提高了固体聚合硫酸铁产品的全铁指标（见5.2，2006版的4.2）；

——修改了Ⅱ类产品的盐基度指标（见5.2，2006版的4.2）；

——提高了I类产品的不溶物指标（见5.2，2006版的4.2）；

——增加了Ⅱ类产品的砷、铅、镉、汞、铬等指标，并修改了I类产品的砷、铅、镉、汞、铬等指标（见5.2，2006版的4.2）；

——增加了原子荧光光谱法测砷（见6.8.1），删除了砷斑法（见2006版的5.7.2）；

——原子吸收测定铅含量由曲线法修改为标准加入法（见6.9，2006版的5.8）；

——增加了原子荧光光谱法测汞（见6.11.1），删除了分光光度法（见2006版的5.10.1）；

——修改了铬的测定方法（见6.12，2006版的5.11）；

——增加了原子吸收光谱法测锌和镍（见6.13，6.14）。

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：。

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 14591-1993、GB 14591-2006。

* + - * 1. 水处理剂 聚合硫酸铁

**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。聚合硫酸铁液体产品具有腐蚀性，应小心谨慎操作。**

* + - 1. 范围

本标准规定了水处理剂 聚合硫酸铁产品的分类、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 聚合硫酸铁。该产品主要用于生活饮用水、工业用水和各种污水的处理，其中仅以硫酸亚铁（I类产品）和工业硫酸为原料制得的聚合硫酸铁可用于生活饮用水处理。

* + - 1. 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 190-2009 危险货物包装标志

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 602-2002 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 610-2008　化学试剂　砷测定通用方法（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

GB/T 8946 塑料编织袋

* + - 1. 分子式

示性式：[Fe2(OH)*n*(SO4)3-*n*/2]*m*，0 < *n* < 2，*m* 代表聚合硫酸铁的聚合度。

* + - 1. 产品分类

水处理剂 聚合硫酸铁产品按用途分为两类。

Ⅰ类：生活饮用水用。

Ⅱ类：工业用水、废水、污水及污泥处理用。

* + - 1. 要求

外观：液体为红褐色粘稠透明液体；固体为淡黄色至黄褐色无定型固体。

聚合硫酸铁按相应的试验方法测定应符合表1要求。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 指标 | 试验方法 |
| Ⅰ类 | Ⅱ类 |
| 液体 | 固体 | 液体 | 固体 |
| 密度，g/cm3（20℃） ≥ | 1.45 | — | 1.45 | — | 6.2 |
| 全铁的质量分数，% ≥ | 11.0 | 19.5 | 11.0 | 19.5 | 6.3 |
| 还原性物质（以Fe2+计）的质量分数，%≤ | 0.10 | 0.15 | 0.10 | 0.15 | 6.4 |
| 盐基度，%  | 8.0～16.0 | 5.0～20.0 | 6.5 |
| pH（10g/L水溶液） | 2.0～3.0 | 6.6 |
| 不溶物的质量分数，％ ≤ | 0.1 | 0.3 | 0.3 | 0.5 | 6.7 |
| 砷（As）的质量分数，% ≤ | 0.0001 | 0.0002 | 0.0005 | 0.001 | 6.8 |
| 铅（Pb）的质量分数，% ≤ | 0.0002 | 0.0004 | 0.001 | 0.002 | 6.9 |
| 镉（Cd）的质量分数，% ≤ | 0.00005 | 0.0001 | 0.00025 | 0.0005 | 6.10 |
| 汞（Hg）的质量分数，% ≤ | 0.00001 | 0.00002 | 0.00005 | 0.0001 | 6.11 |
| 铬（Cr）的质量分数，% ≤ | 0.0005 | 0.001 | 0.0025 | 0.005 | 6.12 |
| 锌（Zn）的质量分数，% ≤ | — | 0.005 | 0.01 | 6.13 |
| 镍（Ni）的质量分数，% ≤ | — | 0.005 | 0.01 | 6.14 |
| Ⅰ类产品用于生活饮用水处理时，应符合《生活饮用水化学处理剂卫生安全评价规范》及相关法律法规要求。 |

* + - 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。

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. 密度的测定（密度计法）
		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。

* + 1. 仪器、设备

密度计：刻度值为0.001g/cm3。

恒温水浴：可控制温度（20±1）℃。

温度计：分度值为1℃。

量筒：250mL～500mL。

* + 1. 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。

* 1. 全铁含量的测定
		1. 重铬酸钾法（仲裁法）
			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：

2Fe3+ + Sn2+ = 2Fe2+ + Sn4+

SnCl2 + 2HgCl2 = SnCl4 + Hg2Cl2

6Fe2+ + Cr2O72- + 14H+ = 6Fe3+ + 2Cr3+ + 7H2O

* + - 1. 试剂和材料
1. 水，GB/T 6682，三级。
2. 盐酸溶液：1+1。
3. 硫-磷混酸：将150mL硫酸，缓慢注入到含500mL水的烧杯中，冷却后再加入150mL磷酸，然后稀释到1000mL容量瓶中。
4. 氯化亚锡溶液：250g/L。称取25.0g氯化亚锡置于干燥的烧杯中，加入20mL盐酸，加热溶解，冷却后稀释到100mL，保存于棕色滴瓶中，加入高纯锡粒数颗。
5. 氯化汞饱和溶液。
6. 重铬酸钾标准滴定溶液：*c*(1/6K2Cr2O7)=0.1mol/L。
7. 二苯胺磺酸钠指示剂：5g/L。
	* + 1. 分析步骤

称取液体产品约1.0g或固体产品约0.5g，精确至0.0002g，置于250mL锥形瓶中，加水20mL，加盐酸溶液10mL，加热至沸，趁热滴加氯化亚锡溶液至溶液黄色消失，再过量一滴，快速冷却，加氯化汞饱和溶液5mL，摇匀后静置1min，然后加水50mL，再加入硫-磷混酸10mL，二苯胺磺酸钠指示剂四至五滴，立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色（30s不褪）即为终点。

* + - 1. 结果计算

全铁含量以质量分数*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*——铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[*M*(Fe)=55.85]；

*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0.1%。

* + 1. 三氯化钛法
			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：

Fe3+ + Ti3+ = Fe2+ + Ti4+

6Fe2+ + Cr2O72- + 14H+ = 6Fe3+ + 2Cr3+ + 7H2O

* + - 1. 试剂和材料
1. 水，GB/T 6682，三级。
2. 盐酸溶液：1+1。
3. 硫酸溶液：1+1。
4. 磷酸溶液：15+85。
5. 硫酸铜溶液：5g/L。
6. 三氯化钛溶液：量取25mL15%的三氯化钛溶液，加入20mL盐酸，用水稀释至100mL，混匀，贮于棕色瓶中，溶液上面加一薄层液体石腊保护，可用15天左右。
7. 重铬酸钾标准滴定溶液：*c*(1/6K2Cr2O7)=0.1mol/L。
8. 钨酸钠指示剂：25g/L。称取2.5g钨酸钠，溶解于70mL水中，加入7mL磷酸，冷却后用水稀释至100mL，混匀，贮于棕色瓶中。
9. 二苯胺磺酸钠指示剂：5g/L。
	* + 1. 分析步骤

称取约0.2g～0.3g试样，精确至0.0002g。置于250mL锥形瓶中，加盐酸溶液10mL，硫酸溶液10mL和钨酸钠指示剂1mL。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150mL，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10mL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（30s不褪）即为终点。

* + - 1. 结果计算

全铁含量以质量分数*w*1计，数值以%表示，按式（2）计算：

  (2)

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*——铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[*M*(Fe)=55.85]；

*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0.1%。

* 1. 还原性物质（以Fe2+计）含量的测定
		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：

MnO4－+ 5Fe2+ + 8H+ = Mn2+ + 5Fe3+ +4H2O

* + 1. 试剂和材料

水，GB/T 6682，三级。

硫酸。

磷酸。

高锰酸钾标准滴定溶液（Ⅰ）：*c*(1/5KMnO4)=0.1mol/L。

高锰酸钾标准滴定溶液（Ⅱ）：*c*(1/5KMnO4)=0.01mol/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。

* + 1. 仪器、设备

微量滴定管：10mL。

* + 1. 分析步骤：

称取约5g试样，精确至0.001g，置于250mL锥形瓶中，加水150mL，加入4mL硫酸，4mL磷酸，摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液（Ⅱ）滴定至微红色（30s不褪）即为终点，同时做空白试验。

* + 1. 结果计算

还原性物质（以Fe2+计）含量以质量分数*w*2计，数值以%表示，按式（3）计算：

  (3)

式中：

*V*——滴定时消耗高锰酸钾标准滴定溶液（Ⅱ）的体积的数值，单位为毫升（mL）；

*V0*——滴定空白时消耗高锰酸钾标准滴定溶液（Ⅱ）的体积的数值，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*——铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[*M*(Fe)=55.85]；

*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0.01%。

* 1. 盐基度的测定
		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。

* + 1. 试剂和材料

水，GB/T 6682，三级。

盐酸溶液：1+3。

氢氧化钠溶液：4g/L。

氟化钾溶液：500g/L。称取500g氟化钾，以200mL不含二氧化碳的蒸馏水溶解后，稀释到1000mL。加入2mL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。

盐酸标准溶液：*c*(HCl)=0.1 mol/L。

氢氧化钠标准滴定溶液：*c*(NaOH)=0.1 mol/L。

酚酞指示剂：10g/L乙醇溶液。

* + 1. 分析步骤

称取约1.2g试样，精确至0.0002g，置于400mL聚乙烯烧杯中，用移液管加入25mL盐酸标准溶液，加20mL煮沸后的蒸馏水，摇匀，盖上表面皿。在室温下放置10min，再加入氟化钾溶液10mL，摇匀，加五滴酚酞指示剂，立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡红色（30s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。

* + 1. 结果计算

盐基度含量以质量分数*w*3计，数值以%表示，按式（4）计算：

  (4)

式中：

*V0*——空白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浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

*w*1——试样中全铁的质量分数，%；

*w*2——试样中还原性物质（以Fe2+计）的质量分数，%；

*M*1——氢氧根的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[*M*(OH－)=17.00]；

*M*2——铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[*M*(Fe)=55.85]；

*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0.5%。

* 1. pH值的测定
		1. 仪器、设备

酸度计：精度0.02pH单位，配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

* + 1. 分析步骤

称取(1.00±0.01)g试样，用水溶解后，全部转移至100mL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。

* 1. 不溶物含量的测定
		1. 试剂和材料

盐酸溶液：1+49。

硝酸银溶液：17g/L。

* + 1. 仪器、设备

电热恒温干燥箱：温度可控制为105℃～110℃。

坩埚式过滤器：5μm～15μm。

* + 1. 分析步骤

于干燥洁净的称量瓶中称取约20g液体试样，或10g固体试样，精确至0.001g，移入250mL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100mL，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100mL，搅拌溶解，在50℃～55℃水浴中保温15min。用已于105℃～110℃干燥至恒量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）。将坩埚放入电热恒温干燥箱内，于105℃～110℃下烘至恒量。

* + 1. 结果计算

不溶物含量以质量分数*w*4计，数值以%表示，按式（5）计算：

  (5)

式中：

*m1*——坩埚式过滤器连同残渣的质量的数值，单位为克（g）；

*m2*——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. 砷含量的测定
		1. 原子荧光光谱法（仲裁法）
			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
1. 水：GB/T 6682，一级。
2. 盐酸：优级纯。
3. 硝酸：优级纯。
4. 盐酸溶液：1+19。
5. 硝酸溶液：1+1。
6. 硝酸溶液：1+4。
7. 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。
8. 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。
9. 砷标准贮备液：0.1mg/mL。
10. 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
11. 原子荧光光度计。
12. 砷空心阴极灯。
	* + 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。
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

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1.0g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、2mL硝酸溶液(1+1)，盖上表面皿煮沸，保持微沸至体积减少到约15mL，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6.8.1.4.2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(6)计算：

  (6)

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. 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法
			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。

* + - 1. 试剂和材料
1. 水，GB/T 6682，三级。
2. 无砷锌粒。
3. 三氯甲烷。
4. 硫酸铜（CuSO4·5H2O）溶液：20g/L。
5. 碘化钾溶液：150g/L。
6. 氯化亚锡盐酸溶液：20g/L。
7. 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。
8. 砷标准贮备液： 0.1mg/mL 。
9. 砷标准溶液：0.001mg/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。临用时移取此溶液10.00mL置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
10. 乙酸铅棉花。
	* + 1. 仪器、设备
11. 定砷器：符合GB/T 610-2008中4.2.2.3之规定。
12. 分光光度计。
	* + 1. 分析步骤

校准曲线的绘制

在六个干燥的定砷瓶中，依次加入0.00mL、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。

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c(以H+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。

在波长510nm处，用1cm吸收池，以试剂空白为参比，测定吸光度。

以砷含量(mg)为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

测定

 称取约0.6g液体试样或1.0g固体试样，精确至0.2mg，放入定砷器的锥形瓶中，加入3mL硫酸溶液（1+1），用水稀释至30mL后，然后按校准曲线的绘制中的6.8.2.4.1.2和6.8.2.4.1.3步骤操作，测定吸光度。由校准曲线或回归方程得出砷含量的数值。

* + - 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：

*m*——从校准曲线或回归方程得出的砷含量的数值，单位为毫克（mg）；

*m*0——试料的质量的数值，单位为克（g）。

* + - 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

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。

* + 1. 试剂和材料

水：GB/T 6682，一级。

硝酸：优级纯。

过氧化氢：优级纯。

硝酸溶液：1+1。

硝酸溶液：1+99。

铅标准贮备液：1mL溶液含有0.1mg Pb。

铅标准溶液：1mL溶液含有0.001mg Pb。用移液管移取5.0mL铅标准贮备液置于500mL容量瓶中，用硝酸溶液（1+99）稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

* + 1. 仪器、设备

氩气钢瓶。

原子吸收光谱仪：带有石墨炉控制装置。

试验所用玻璃仪器应用硝酸溶液（1+9）浸泡过夜，再用水洗涤。

* + 1. 分析步骤

称取约5g固体试样或10g液体试样，精确至0.01g，用水溶解，加入1.0mL硝酸，转移至100mL容量瓶中，加水稀至刻度，摇匀。此为试液A，供测Pb、Cd、Hg用。

分别移取5.00mL试液A，置于四个100mL烧杯中，加水至约30mL，小心加入2.0mL过氧化氢和2.0mL硝酸溶液（1+1），加热蒸发至溶液体积约为15mL，冷却至室温，将溶液分别完全转移至100mL容量瓶中，并依次加入0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL铅标准溶液，用水稀释至刻度，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(mg)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

铅含量以质量分数*w*6计，数值以%表示，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*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=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0.00005%。

* 1. 镉含量的测定
		1. 方法提要

用原子吸收光谱法，在波长228.8nm处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度，求出镉含量。

* + 1. 试剂和材料

水：GB/T 6682，一级。

硝酸溶液：1＋1。

镉标准贮备溶液：1mL含0.1mgCd。称取0.100g金属镉（99.9％以上），精确至0.0002g，置于100mL烧杯中，加20mL硝酸溶液，加热驱除氮氧化物，冷却后移入1000mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。或按GB/T 602的规定进行配制。

镉标准溶液：1mL含0.01mgCd。移取10.00mL镉标准溶液贮备溶液置于100mL容量瓶中，加2mL硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。

* + 1. 仪器、设备

原子吸收光谱仪。

镉空心阴极灯。

* + 1. 分析步骤

分别移取0.00、0.50mL、1.0mL、1.50mL镉标准溶液于四个50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列含镉量为0.00、0.005mg、0.010mg、0.015mg，在仪器最佳工作条件下，于228.8nm波长处，以空白调零，测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标，相对应的镉含量为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

移取10.00mL试液A于50mL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，由校准曲线或回归方程得出试样中的镉含量。

* + 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*1——移取试液A的体积的数值，单位为毫升（mL）（*V*1=10）；

*V*A——试液A的总体积的数值，单位为毫升（mL）（*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0.00001％。

* 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1.0g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，小心蒸发至溶液体积约为15mL，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6.11.1.4.2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溶液含有0.1mgHg。
13. 汞标准溶液：1mL含有0.001mgHg。移取汞标准贮备液10.00mL于1000mL容量瓶中，并稀释至刻度。此溶液现用现配。
	* + 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0.00、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，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。

测定

移取10.00mL试液A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气的吸光度。

* + - 1. 结果计算

汞含量以质量分数*w*8计，数值以%表示，按式（11）计算：

  (11)

式中：

*m*——从校准曲线上查出的汞的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*V*1——移取试液A的体积的数值，单位为毫升（mL）（*V*1=10）；

*V*A——试液A的总体积的数值，单位为毫升（mL）（*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0.000002％。

* 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

盐酸溶液：1＋1。

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固体试样或2g液体试样，精确至0.0002g，置于200mL烧杯中，加少量水，加入10.0mL盐酸溶液，加热煮沸至溶液清亮，保持微沸5min，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0.00005%。

* 1. 锌含量的测定
		1. 方法提要

 使用火焰原子吸收光谱法，在213.9nm波长处以空气-乙炔火焰测定锌原子的吸光度，求出锌含量。

* + 1. 试剂和材料

盐酸溶液：1＋1。

硝酸溶液：1＋1。

锌标准贮备溶液：0.1mg/mL。

锌标准溶液：移取10.00mL锌标准贮备溶液于100mL容量瓶中，加入2mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含有10µgZn。

* + 1. 仪器、设备

原子吸收光谱仪。

锌空心阴极灯。

* + 1. 分析步骤

分别移取0.00mL（空白）、1.00mL、2.00mL、4.00mL锌标准溶液置于四个50mL容量瓶中，加入1mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列锌含量为0.00mg/L、0.20mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L。仪器稳定后，在其最佳工作条件下，于213.9nm波长处，以试剂空白调零，测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标，相对应的锌的含量（mg/L）为横坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

称取约1g固体试样或2g液体试样，精确至0.2mg，置于200mL烧杯中。加入适量的水，再加10mL盐酸溶液，待试样全部溶解后，置于电炉上煮沸，保持微沸5min，取下，冷却，将溶液全部转移至100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，该溶液为试液B。移取10.00mL试液B置于50mL容量瓶中，加入1mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按绘制校准曲线的步骤测定其吸光度。由校准曲线查得或回归方程计算出试样中的锌含量。

* + 1. 结果计算

锌的含量以质量分数*w*10计，数值以%表示，按式（13）计算：

  (13)

式中：

*ρ*——由校准曲线上查得或回归方程计算出的锌的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

*V*——测定时试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）（*V*＝50）；

*m*o——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）（*VB*＝100）。

* + 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. 镍含量的测定
		1. 方法提要

 使用火焰原子吸收光谱法，在232nm波长处以空气-乙炔火焰测定镍原子的吸光度，求出镍含量。

* + 1. 试剂和材料

盐酸溶液：1＋1。

硝酸溶液：1＋1。

镍标准贮备溶液：1mg/mL。

镍标准溶液：移取5.00mL镍标准贮备溶液于100mL容量瓶中，加入2mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含有50µgNi。

* + 1. 仪器、设备

原子吸收光谱仪。

镍空心阴极灯。

* + 1. 分析步骤

分别移取0.00mL（空白）、1.00mL、3.00mL、5.00mL镍标准溶液置于四个50mL容量瓶中，加入1mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列镍含量为0.00mg/L、1.00mg/L、3.00 mg/L、5.00mg/L。仪器稳定后，在其最佳工作条件下，于232nm波长处，以试剂空白调零，测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标，相对应的镍的含量（mg/L）为横坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

称取约1g固体试样或2g液体试样，精确至0.2mg，置于200mL烧杯中。加入适量的水，再加10mL盐酸溶液，待试样全部溶解后，置于电炉上煮沸，保持微沸5min，取下，冷却，将溶液全部转移至50mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。按绘制校准曲线的步骤测定其吸光度。由校准曲线查得或回归方程计算出镍的含量。

* + 1. 结果计算

镍的含量以质量分数*w*11计，数值以%表示，按式（14）计算：

  (14)

式中：

*ρ*——由校准曲线上查得或回归方程计算出的镍的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

*V*——测定时试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）（*V*＝50）；

*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，每三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Fe2+计）、盐基度、pH、不溶物等六项指标应逐批检验。

每批产品液体应不超过200 t，固体应不超过100t。

按GB/T 6678的规定确定采样单元数。

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、干燥的玻璃瓶或塑料瓶中，密封。

液体产品采样时应将采样器深入桶内三分之二处采样，采样量不少于250mL。将所采样品混匀，从中取出约800mL，分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶或塑料瓶中，密封。

贮罐车装运的液体产品采样时，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、干燥的玻璃瓶或塑料瓶中，密封。

在密封的样品瓶上贴标签，注明：生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。

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

聚合硫酸铁的外包装上应有涂刷牢固清晰的标志，注明：生产厂名、产品名称、商标、类别、净质量、批号或生产日期、本标准编号、GB/T 191规定的“怕雨”标志，液体产品的外包装上还需涂刷GB 190-2009规定的“腐蚀性物质”标签。

每批出厂的聚合硫酸铁都应附有质量检验报告及质量合格证。

固体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0.05mm，包装容积应大于外包装；外包装的性能和检验方法应符合GB/T 8946的规定。每袋净质量25Kg、50Kg（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。

液体聚合硫酸铁采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净质量25Kg、50Kg或200Kg。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。

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。

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。

* + - 1. 安全要求

聚合硫酸铁产品具有一定的腐蚀性和刺激性，操作人员在进行作业时，应戴防护用具以避免身体直接接触。

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