



中华人民共和国国家标准

GB/T 4482—2018
代替 GB/T 4482—2006

水处理剂 氯化铁

Water treatment chemicals—Ferric chloride

2018-02-06 发布

2018-09-01 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	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 分子式	1
4 分类	1
5 要求	1
5.1 外观	1
5.2 要求	2
6 试验方法	2
6.1 通则	2
6.2 铁(Fe^{3+})含量的测定	2
6.3 亚铁(Fe^{2+})含量的测定	3
6.4 不溶物含量的测定	4
6.5 游离酸含量的测定	5
6.6 密度的测定	6
6.7 锌含量的测定	6
6.8 砷含量的测定	7
6.9 铅含量的测定	9
6.10 汞含量的测定	10
6.11 镉含量的测定	13
6.12 铬含量的测定	14
7 检验规则	15
8 标志、包装、运输和贮存	15

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 4482—2006《水处理剂 氯化铁》。本标准与 GB/T 4482—2006 相比主要技术变化如下：

- 修改了水处理剂氯化铁的指标(见表 1,2006 年版的表 1)；
- 增加了锌含量的测定(见 6.7)；
- 删除了砷含量测定中的砷斑法,改为原子荧光光谱法测定(见 6.8.1,2006 年版的 5.5.1)；
- 删除了汞含量测定中的分光光度法,改为原子荧光光谱法测定(见 6.10.1,2006 年版的 5.7.1)；
- 将铬[Cr(VI)]含量的测定改为铬含量的测定,测定方法改为电加热原子吸收光谱法(见 6.12,2006 年版的 5.9)。

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：惠州市斯瑞尔环境化工有限公司、常州市清流水处理剂有限公司、蓝保(厦门)水处理科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、四川华石环保科技有限公司、河南瑞达净化材料有限公司、河南嵩山净水材料有限公司、厦门市蓝恒环保有限公司、重庆蓝洁广顺净水材料有限公司、海南中岛能源开发有限公司。

本标准主要起草人：丁德才、蒋晓春、吕奋勇、白莹、周涌、张国帅、曹万印、王志巍、邹鹏、付春平、肖晋宜。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 4482—1984、GB 4482—1993、GB/T 4482—2006。

水处理剂 氯化铁

警示——水处理剂氯化铁属于 GB 6944—2012 规定的第 8 类腐蚀性物质,本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,操作时应避免吸入或接触皮肤。如溅到应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。

1 范围

本标准规定了水处理剂氯化铁的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于水处理剂氯化铁。该产品主要用于饮用水、工业用水、废污水处理及污泥脱水处理。

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 190 危险货物包装标志

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 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6944—2012 危险货物分类和品名编号

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 22594—2008 水处理剂 密度测定方法通则

3 分子式

分子式: FeCl_3 或 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 162.20 或 270.30(按 2013 年国际相对原子质量计算)

4 分类

水处理剂氯化铁按用途分为两类:

——Ⅰ类: 饮用水处理用,该用途产品的原料中溶解性酸应使用工业合成盐酸,铁应采用高纯铁;

——Ⅱ类: 工业用水、废污水处理及污泥脱水处理用。

5 要求

5.1 外观

液体产品应为红褐色溶液;固体产品中无水氯化铁应为褐色晶体,六水氯化铁应为黄褐色晶体。

5.2 要求

水处理剂氯化铁应符合表 1 要求。

表 1 水处理剂氯化铁技术要求

项目		指标					
		I 类			II 类		
		液体	固体		液体	固体	
			无水	六水		无水	六水
铁(Fe ³⁺)的质量分数/%	≥	14.0	33.0	20.0	13.0	32.0	19.2
亚铁(Fe ²⁺)的质量分数/%	≤	0.10	0.15		0.10	0.15	
不溶物的质量分数/%	≤	0.50	1.0		0.50	1.0	
游离酸(以 HCl 计)的质量分数/%	≤	0.40	0.80		0.40	0.80	
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥	1.4	—		1.4	—	
锌(Zn)的质量分数/%	≤	0.000 5			0.05		
砷(As)的质量分数/%	≤	0.000 2			0.000 8		
铅(Pb)的质量分数/%	≤	0.000 5			0.003		
汞(Hg)的质量分数/%	≤	0.000 01			0.000 08		
镉(Cd)的质量分数/%	≤	0.000 1			0.001 6		
铬(Cr)的质量分数/%	≤	0.000 8			0.008		
注：表中所列 I 类产品的锌、砷、铅、汞、镉、铬的质量分数均按铁(Fe ³⁺)含量为 14% 计，Fe ³⁺ 含量>14% 时，按实际含量折算成铁(Fe ³⁺)含量为 14% 产品比例计算出相应的质量分数；表中所列 II 类产品的锌、砷、铅、汞、镉、铬的质量分数均按铁(Fe ³⁺)含量为 13% 的计，Fe ³⁺ 含量>13% 时，按实际含量折算成铁(Fe ³⁺)含量为 13% 产品比例计算出相应的质量分数。							

6 试验方法

6.1 通则

本标准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试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水；其他应使用分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

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，在没有特殊注明时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

6.2 铁(Fe^{3+})含量的测定

6.2.1 方法提要

在酸性条件下，三价铁和碘化钾反应析出碘，以淀粉作指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

6.2.2 试剂和材料

6.2.2.1 碘化钾。

6.2.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

6.2.2.3 盐酸溶液:1+1。

6.2.2.4 盐酸溶液:1+49。

6.2.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约0.1 mol/L。

6.2.2.6 淀粉指示液:10 g/L。

6.2.3 仪器、设备

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

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 试验溶液的制备

用称量瓶称取约20 g液体试样或10 g固体试样,精确至0.2 mg,置于250 mL烧杯中。对固体试样用100 mL盐酸溶液(6.2.2.4)分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试料的烧杯中,搅拌溶解,在 $(50\pm 5)^\circ\text{C}$ 水浴中保温15 min;对液体试样用100 mL水分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试料的烧杯中,搅拌。用已于 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的坩埚式过滤器抽滤,用水洗涤残渣至洗液中不含氯离子(用硝酸银溶液检查)。将滤液和洗涤液转移至500 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得试液A。试液A用于铁和亚铁含量的测定。

保留坩埚和残渣,用于不溶物含量的测定。

6.2.4.2 测定

移取25.00 mL试液A,置于250 mL碘量瓶中,依次加入25 mL水,3 g碘化钾和10 mL盐酸溶液(6.2.2.3),加盖瓶塞,水封,摇匀,于暗处放置30 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入3 mL淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失。

同时做空白试验。

6.2.5 结果计算

铁(Fe^{3+})含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) c M \times 10^{-3}}{m V_1 / V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——试液消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液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的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=25$);

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

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0.05%。

6.3 亚铁(Fe^{2+})含量的测定

6.3.1 方法提要

在硫酸和磷酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 磷酸。

6.3.2.2 硫酸溶液:1+5。

6.3.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约0.05 mol/L。移取100.00 mL按GB/T 601配制并标定的重铬酸钾标准滴定溶液[$c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约0.1 mol/L],置于200 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.3.2.4 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。

6.3.3 分析步骤

移取100.00 mL试液A于250 mL锥形瓶中,依次加入20 mL硫酸溶液、5 mL磷酸和3滴~4滴二苯胺磺酸钠指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至突变为紫色或蓝紫色。

6.3.4 结果计算

亚铁(Fe^{2+})含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

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

式中:

V ——试样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实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——亚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的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=100$);

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

6.3.5 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%。

6.4 不溶物含量的测定

6.4.1 方法提要

试样溶解后,经过滤、洗涤、烘干至恒量,计算出不溶物含量。

6.4.2 仪器、设备

电热恒温干燥箱:温度可控制为105℃~110℃。

6.4.3 分析步骤

将6.2.4.1保留的坩埚和残渣放入电热恒温干燥箱内,在105℃~110℃下干燥至恒量。

6.4.4 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

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

式中:

m_1 ——坩埚式过滤器连同残渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——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)。

6.4.5 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为:液体产品不大于 0.05%,固体产品不大于 0.1%。

6.5 游离酸含量的测定

6.5.1 方法提要

氟化钾与铁离子反应生成六氟合铁(Ⅲ)酸三钾,以酚酞作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 无二氧化碳的水。

6.5.2.2 盐酸溶液:1+120。

6.5.2.3 氟化钾溶液:500 g/L。称取 100 g 氟化钾置于 250 mL 烧杯中,加入 200 mL 无二氧化碳的水,搅拌溶解,滴加 2 滴酚酞指示剂,若溶液无色,用氢氧化钠标准滴定溶液中和至刚呈微红色;若溶液呈红色,则用盐酸溶液滴至无色后,再用氢氧化钠标准滴定溶液中和至刚呈微红色。

6.5.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.05 mol/L。

6.5.2.5 酚酞指示液:10 g/L。

6.5.3 仪器、设备

微量滴定管:10 mL。

6.5.4 分析步骤

称取约 1 g 液体试样或 0.5 g 固体试样置于 250 mL 锥形瓶中,精确至 0.2 mg。加入 50 mL 无二氧化碳水,25 mL 氟化钾溶液,混匀。加入 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色(30 s 不褪)即为终点。

6.5.5 结果计算

游离酸(以 HCl 计)含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

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);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯化氢的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{HCl})=36.46$];

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.5.6 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 0.05%。

6.6 密度的测定

按照 GB/T 22594—2008 中 3.3.1 进行测定。

6.7 锌含量的测定

6.7.1 方法提要

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

6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.7.2.2 锌标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.7.2.3 锌标准溶液:0.01 mg/mL。移取 10.00 mL 锌标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.7.3 仪器、设备

原子吸收光谱仪;锌空心阴极灯。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 锌标准溶液置于六个 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列锌含量为 0.00 mg、0.02 mg、0.04 mg、0.06 mg、0.08 mg、0.10 mg。仪器稳定后,在其最佳工作条件下,于 213.9 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,相对应的锌的质量(mg)为横坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

6.7.4.2 测定

称取约 10 g 液体试样或 5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 容量瓶中。加水稀释至刻度,摇匀,该溶液为试液 B(供铅、镉含量测定用)。

移取 2.00 mL 试液 B 置于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按 6.7.4.1 中加入锌标准溶液后的步骤测定其吸光度。由校准曲线查得或回归方程计算出锌的质量。

6.7.4.3 结果计算

锌含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m ——由工作曲线上查得或回归方程计算出的锌的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=2$);

V_B ——试液 B 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_B=100$)。

6.7.4.4 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:Ⅰ类不大于 0.000 05%;Ⅱ类不大于 0.002%。

6.8 砷含量的测定

6.8.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

6.8.1.1 方法原理

试样在酸性条件下,加入硫脲和抗坏血酸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试样中的砷浓度成正比,由此测得砷含量。

6.8.1.2 试剂和材料

6.8.1.2.1 盐酸。

6.8.1.2.2 硝酸溶液:1+4。

6.8.1.2.3 盐酸溶液:1+19。

6.8.1.2.4 硫脲溶液:50 g/L。

6.8.1.2.5 抗坏血酸溶液:50 g/L。

6.8.1.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 5.0 g 氢氧化钠和 20.0 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。

6.8.1.2.7 砷标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

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

6.8.1.3 仪器、设备

原子荧光光度计:配有砷空心阴极灯。

6.8.1.4 校准曲线的绘制

6.8.1.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液于六个 100 mL 容量瓶中,依次加入 5 mL 盐酸,5 mL 硫脲溶液以及 5 mL 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 0.00 $\mu\text{g/L}$ 、20.00 $\mu\text{g/L}$ 、40.00 $\mu\text{g/L}$ 、60.00 $\mu\text{g/L}$ 、80.00 $\mu\text{g/L}$ 、100.00 $\mu\text{g/L}$ 。

6.8.1.4.2 仪器稳定后,以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂,以盐酸溶液为载体溶液,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($\mu\text{g/L}$)为横坐标绘制校准曲线或计算回归方程。

注:使用原子荧光光谱仪测定时,所需的硼氢化钾溶液浓度、载体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,可根据仪器型号选择最佳测试条件。

6.8.1.5 分析步骤

6.8.1.5.1 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浸泡 24 h,然后用水冲洗干净备用。

6.8.1.5.2 样品的测定

移取 5.00 mL 试液 B 置于 100 mL 容量瓶中,依次加入 5 mL 盐酸,5 mL 硫脲溶液以及 5 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液为试液 C(供汞含量的测定用)。

按 6.8.1.4.2 的测定试液 C 的荧光值(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤后测定),由校准曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度。

6.8.1.6 结果计算

砷含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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($\mu\text{g/L}$);

V ——试液 C 的体积的数值,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 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=5$);

V_B ——试液 B 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_B=100$)。

6.8.1.7 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: I 类不大于 0.000 02%; II 类不大于 0.000 08%。

6.8.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法

6.8.2.1 方法提要

在酸性溶液中,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-三乙胺三氯甲烷溶液吸收,生成紫红色产物,在 510 nm 波长处测定其吸光度。

6.8.2.2 试剂和材料

6.8.2.2.1 无砷锌粒。

6.8.2.2.2 碘化钾。

6.8.2.2.3 三氯甲烷。

6.8.2.2.4 硫酸溶液:1+1。

6.8.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

6.8.2.2.6 砷标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.8.2.2.7 砷标准溶液:0.001 mg/mL(配制方法同 6.8.1.2.8)。

6.8.2.2.8 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺三氯甲烷溶液(以下称吸收液)。

6.8.2.2.9 乙酸铅棉花。

6.8.2.3 仪器、设备

6.8.2.3.1 定砷器:见 GB/T 610—2008 中 4.2.2.3 的规定。

6.8.2.3.2 分光光度计:带有 1 cm 吸收池。

6.8.2.4 分析步骤

6.8.2.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液于六个定砷器中。依次加入约 50 mL 水、4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾和 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。

移取 5.00 mL 吸收液注入吸收管内,迅速向定砷瓶中加入 3 g 无砷锌粒,立即连接好定砷器各部分,勿使漏气,在室温(室温低于 15 ℃时可用 25 ℃~30 ℃水浴温热)下反应 45 min 取下吸收管,用三氯甲烷将吸收液体积补充至 5 mL。

在 510 nm 波长下,用 1 cm 吸收池,以空白为参比,测定其吸光度。以砷的质量(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。

6.8.2.4.2 测定

移取 5.00 mL 试液 B 置于定砷器中,按 6.8.2.4.1 中加入砷标准溶液后的步骤测定其吸光度。由校准曲线查得或回归方程计算出砷的质量。

6.8.2.5 结果计算

砷含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V / V_B} \times 100 \quad (7)$$

式中:

m ——由校准曲线上查得或回归方程计算出砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=5$);

V_B ——试液 B 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_B=100$)。

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:Ⅰ类不大于 0.000 02%;Ⅱ类不大于 0.000 08%。

6.9 铅含量的测定

6.9.1 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,于 283.3 nm 波长处用电加热原子吸收光谱法测定铅含量。

6.9.2 试剂和材料

6.9.2.1 过氧化氢。

6.9.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.9.2.3 硝酸溶液:1+4。

6.9.2.4 硝酸溶液:1+199。

6.9.2.5 铅标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.9.2.6 铅标准溶液:0.001 mg/mL。移取 5.0 mL 铅标准贮备溶液置于 500 mL 容量瓶中,加入硝酸溶液(6.9.2.4)至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.9.3 仪器、设备

6.9.3.1 氩气钢瓶。

6.9.3.2 电加热原子吸收光谱仪。

6.9.3.3 铅空心阴极灯。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 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(6.9.2.3)浸泡 24 h,然后用水冲洗干净备用。

6.9.4.2 校准曲线的绘制

移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL 铅标准溶液于五个 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(6.9.2.4)稀释至刻度,摇匀。此系列溶液的铅含量分别是 0.000 mg、0.001 mg、0.003 mg、0.005 mg、0.007 mg。

仪器稳定后,调试至最佳测定条件,在 283.3 nm 波长处,以空白调零分别测定该系列标准溶液的吸光度。以铅的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线或计算线性回归方程。

6.9.4.3 测定

移取 2.00 mL 试液 B,置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL,小心加入 2 mL 过氧化氢和 2 mL 硝酸溶液(6.9.2.2),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。按 6.9.4.2 中加入铅标准溶液后的步骤测定其吸光度,由校准曲线查得或线性回归方程计算出相应的铅的质量。

6.9.5 结果计算

铅含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m ——由校准曲线上查得或回归方程计算出的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=2$);

V_B ——试液 B 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_B=100$)。

6.9.6 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:Ⅰ类不大于 0.000 05%;Ⅱ类不大于 0.000 3%。

6.10 汞含量的测定

6.10.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

6.10.1.1 方法提要

试样中的汞在酸性介质中被硼氢化钾(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,由此测得汞含量。

6.10.1.2 试剂和材料

6.10.1.2.1 硝酸。

6.10.1.2.2 硝酸溶液:1+4。

6.10.1.2.3 盐酸溶液:1+19。

6.10.1.2.4 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 5 g 氢氧化钠和 20 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。

6.10.1.2.5 汞标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.10.1.2.6 汞标准溶液(I):5 μg/mL。移取 5 mL 汞标准贮备溶液于 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。此溶液现用现配。

6.10.1.2.7 汞标准溶液(II):0.05 μg/mL。移取 1 mL 汞标准溶液(I)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,此溶液现用现配。

6.10.1.3 仪器、设备

原子荧光光度计:配有汞空心阴极灯。

6.10.1.4 校准曲线的绘制

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

6.10.1.4.2 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。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。

6.10.1.5 分析步骤

6.10.1.5.1 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浸泡 24 h,然后用水冲洗干净备用。

6.10.1.5.2 样品的测定

按 6.10.1.4.2 对试液 C 进行汞含量的测定(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤后测定),由校准曲线查得或回归方程计算出汞的质量浓度。

6.10.1.6 结果计算

汞含量以质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(9)计算:

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

式中:

ρ ——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 ——试液 C 的体积的数值,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 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=5$);

V_B ——试液 B 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_B=100$)。

6.10.1.7 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:Ⅰ类不大于 0.000 001%;Ⅱ类不大于 0.000 008%。

6.10.2 冷原子吸收法

6.10.2.1 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。

6.10.2.2 试剂和材料

6.10.2.2.1 硫酸-硝酸混合液:将 200 mL 硫酸缓慢加入 300 mL 水中,同时不断搅拌。冷却后加入 100 mL 硝酸,混匀。

6.10.2.2.2 硫酸溶液:1+71。

6.10.2.2.3 盐酸溶液:1+11。

6.10.2.2.4 高锰酸钾溶液:10 g/L。

6.10.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

6.10.2.2.6 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。

6.10.2.2.7 汞标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.10.2.2.8 汞标准溶液:0.001 mg/mL。移取 1 mL 汞标准贮备溶液置于 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,此溶液现用现配。

6.10.2.3 仪器、设备

6.10.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

6.10.2.3.2 汞空心阴极灯。

6.10.2.4 分析步骤

6.10.2.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 汞标准溶液于六个 50 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL。依次加入 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刚好消失,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。

以汞的质量(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。

6.10.2.4.2 测定

移取 5 g 液体试样或 2.5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,加适量水溶解后转移至 50 mL 容量瓶中。按 6.10.2.4.1 中加入汞标准溶液后的步骤测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸气的吸光度。由校准曲线查得或回归方程计算出汞的质量。

6.10.2.5 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:

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m ——由校准曲线上查得或回归方程计算出的汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.10.2.6 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:Ⅰ类不大于 0.000 001%;Ⅱ类不大于 0.000 008%。

6.11 镉含量的测定

6.11.1 方法提要

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

6.11.2 试剂和材料

6.11.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.11.2.2 镉标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.11.2.3 镉标准溶液:0.01 mg/mL。移取 10.00 mL 镉标准溶液贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.11.3 仪器、设备

原子吸收光谱仪:镉空心阴极灯。

6.11.4 分析步骤

6.11.4.1 分别移取 0.00 mL(空白)、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 镉标准溶液于四个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中镉含量为 0.000 mg、0.005 mg、0.010 mg、0.015 mg。仪器稳定后,在其最佳工作条件下,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,相对应的镉的质量(mg)为横坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

6.11.4.2 移取 10.00 mL 试液 B 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按 6.11.4.1 中加入镉标准溶液后的步骤测其吸光度,由校准曲线查得或回归方程计算出镉的质量。

6.11.5 结果计算

镉含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m ——由校准曲线查得或回归方程计算出镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=10$);

V_B ——试液 B 的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_B=100$)。

6.11.6 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:I类不大于0.000 01%;II类不大于0.000 2%。

6.12 铬含量的测定

6.12.1 方法提要

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

6.12.2 试剂与材料

6.12.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.12.2.2 铬标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.12.2.3 铬标准溶液:0.001 mg/mL。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。此溶液现用现配。

6.12.3 仪器、设备

6.12.3.1 氩气钢瓶。

6.12.3.2 电加热原子吸收光谱仪。

6.12.3.3 铬空心阴极灯。

6.12.4 分析步骤

6.12.4.1 校准曲线的绘制

分别移取0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL铬标准溶液于四个50 mL容量瓶中,加1 mL硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中铬的质量浓度分别为0.00 μg/L、20.00 μg/L、40.00 μg/L、60.00 μg/L。

仪器稳定后,在其最佳工作条件下,于429.0 nm波长处,以空白调零,测其吸光度。以铬标准溶液的质量浓度(μg/L)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。

6.12.4.2 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,转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液D。移取5 mL试液D(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤)置于50 mL容量瓶中,以下按6.12.4.1中加入铬标准溶液后的步骤测定其吸光度。由校准曲线查得或回归方程计算出铬的质量浓度。

6.12.5 结果计算

铬的含量以质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_{10} = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m V_1 / V_D} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

ρ ——由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(μg/L);

V ——测定时试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL)($V=50$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

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

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

6.12.6 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:Ⅰ类不大于 0.000 08%;Ⅱ类不大于 0.000 8%。

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,每 3 个月至少进行一次型式检验。其中铁(Fe^{3+})含量、亚铁(Fe^{2+})含量、不溶物含量、游离酸含量、密度应逐批检验。

7.2 液体产品每批不超过 60 t,固体产品每批不超过 20 t。

7.3 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

7.4 对桶装液体氯化铁产品进行采样时,应将采样器深入桶内,从上、中、下部位采样量不少于 100 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL。

7.5 对贮罐装运的液体氯化铁产品采样时,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 250 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL。

7.6 对固体氯化铁产品采样时,应先扒开表面约 5 cm 厚的试样,将采样器自包装单元的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。每次所采样品不得少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至 500 g。(该操作应迅速进行,避免吸潮。)

7.7 将采取的样品分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的试剂瓶中,密封。试剂瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、类别、批号、采样时间和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存 3 个月备查。

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

7.9 检验结果中如果有一项不符合本标准要求,则应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验,核验结果仍有一项指标不符合本标准要求,整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 水处理剂氯化铁包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、类别、净质量、批号或生产日期、本标准编号以及符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”的标识。

8.2 水处理剂氯化铁液体产品采用的包装方式:采用聚乙烯塑料桶(Ⅰ类产品应采用食品级)或耐腐蚀材料制作的专用槽车包装,其性能和检验方法应符合有关规定。固体产品采用的包装方式:内包装袋采用聚乙烯塑料薄膜袋(Ⅰ类产品应采用食品级),厚度不小于 0.1 mm;外包装采用硬质纤维板桶、聚乙烯塑料桶或纸箱等,其性能和检验方法应符合有关规定。

8.3 水处理剂氯化铁在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋及有毒物品的污染。

8.4 水处理剂氯化铁液体产品应贮存在专用耐腐蚀贮罐和槽车中,固体产品应贮存在干燥通风的库房内。水处理剂氯化铁液体贮存期为 6 个月,固体贮存期为 12 个月。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

水处理剂 氯化铁

GB/T 4482—2018

*

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.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 34 千字
2018年2月第一版 2018年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-59421 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 4482-2018