

ICS 71.040.40; 71.100.40
G 77

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5562~5563—2019

水 处 理 剂 过硫酸氢钾复合粉和三聚磷酸钠 (2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5562—2019	水处理剂	过硫酸氢钾复合粉	(1)
HG/T 5563—2019	水处理剂	三聚磷酸钠	(13)

ICS 71.100.40
G 77

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5563—2019

水 处 理 剂 三聚磷酸钠

Water treatment chemicals—Sodium tripolyphosphate

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

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/TC63/SC5）归口。

本标准起草单位：湖北兴发化工集团股份有限公司、广州特种承压设备检测研究院、合肥清清水处理有限责任公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、江苏省特种设备安全监督检验研究院常州分院、江苏省特种设备安全监督检验研究院、浙江水知音环保科技有限公司、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人：周俊、钟志强、刘咸林、王妍、邵宏谦、胡月新、王琪、俞明华、徐晖。

水 处 理 剂

三 聚 磷 酸 钠

1 范围

本标准规定了水处理剂三聚磷酸钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于水处理剂三聚磷酸钠，该产品主要用作锅炉用水和工业用水的软水剂、工业循环冷却水的缓蚀剂和清洗剂。

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 3979 物体色的测量方法
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/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
GB/T 9086 用于色度和光度测量的标准白板
GB/T 10454 集装袋
GB/T 22596 水处理剂 铁含量测定方法通则

3 分子式及相对分子质量

分子式： $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$

相对分子质量：367.86（按 2016 年国际相对原子质量）

4 要求

4.1 外观：白色颗粒或粉末。

4.2 水处理剂三聚磷酸钠应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标
三聚磷酸钠 ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) 的质量分数/% \geq	92
总磷酸盐 (以 P_2O_5 计) 的质量分数/%	56.0~59.0
水不溶物的质量分数/% \leq	0.1
铁 (Fe) 的质量分数/% \leq	0.015
pH 值 (10 g/L 水溶液)	9.2~10.0
白度/% \geq	85
砷 (As) 的质量分数/% \leq	0.003
铅 (Pb) 的质量分数/% \leq	0.003
镉 (Cd) 的质量分数/% \leq	0.000 5
铬 (Cr) 的质量分数/% \leq	0.003

5 试验方法

5.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性, 操作时应小心谨慎! 如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗, 严重者应立即就医。挥发性有机溶剂对人体健康有害且易燃, 操作时应在通风橱中进行, 并防止与明火接触。

5.2 通则

本标准所用的试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他规定时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下, 用目视法判定外观。

5.4 三聚磷酸钠含量的测定

5.4.1 方法提要

将三聚磷酸钠中的各种磷酸盐吸附在强碱性阴离子交换树脂柱上, 利用其对树脂的吸附力不同, 用不同浓度的氯化钾溶液洗提, 使其按正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐、三偏磷酸盐的顺序流出, 测定三聚磷酸钠洗提液中的五氧化二磷的质量, 计算三聚磷酸钠含量。

5.4.2 试剂或材料

5.4.2.1 硝酸。

5.4.2.2 硝酸溶液：1+1。

5.4.2.3 盐酸溶液：约 2 mol/L。

5.4.2.4 缓冲溶液：pH≈4.3。

称取 51 g 三水合乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 和 46 mL 冰乙酸于水中，用水稀释至 1 000 mL。

5.4.2.5 钼酸铵-硫酸溶液：7.2 g/L。

称取 7.2 g 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于水中，加入 400 mL 10 mol/L 硫酸溶液，用水稀释至 1 000 mL，摇匀。

5.4.2.6 抗坏血酸溶液：25 g/L。

贮存于棕色瓶中，保存期 15 d。

5.4.2.7 氯化钾溶液：0.15 mol/L、0.25 mol/L、0.50 mol/L、0.75 mol/L，各浓度溶液 1 L 中含 10 mL 缓冲溶液 (pH≈4.3)。

5.4.2.8 五氧化二磷标准贮备溶液： $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)=1.00 \text{ mg/mL}$ 。

称取 1.917 g (精确至 0.000 5 g) 预先于 $110^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至恒量的磷酸二氢钾，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.2.9 五氧化二磷标准溶液： $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)=0.01 \text{ mg/mL}$ 。

准确吸取 10.0 mL 五氧化二磷标准贮备溶液于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.4.2.10 喹钼柠酮溶液。

称取 70 g 钼酸钠，溶于 150 mL 水中，作为溶液 I；称取 60 g 柠檬酸，溶于 85 mL 硝酸和 150 mL 水的混合液中，作为溶液 II；量取 5 mL 喹啉，溶于 35 mL 硝酸和 100 mL 水的混合液中，作为溶液 III。在不断搅拌下，先将溶液 I 缓慢加入到溶液 II 中，再将溶液 III 缓慢加入到溶液 II 中，混匀，放置 24 h。过滤，在滤液中加入 280 mL 丙酮，用水稀释至 1 000 mL，混匀。贮于棕色瓶或聚乙烯瓶中。

5.4.2.11 离子交换树脂：强碱性阴离子型，氯型，粒度 0.07 mm~0.16 mm。

在 4 mol/L 盐酸溶液中浸泡 1 周，用水以倾析法洗至洗液澄清，保存于水溶液中备用。

5.4.2.12 玻璃棉。

5.4.3 仪器设备

5.4.3.1 离子交换柱：玻璃管内径 10 mm、长 400 mm，管底收缩，配一玻璃活塞 (25 mL 滴定管可适用)，见图 1。

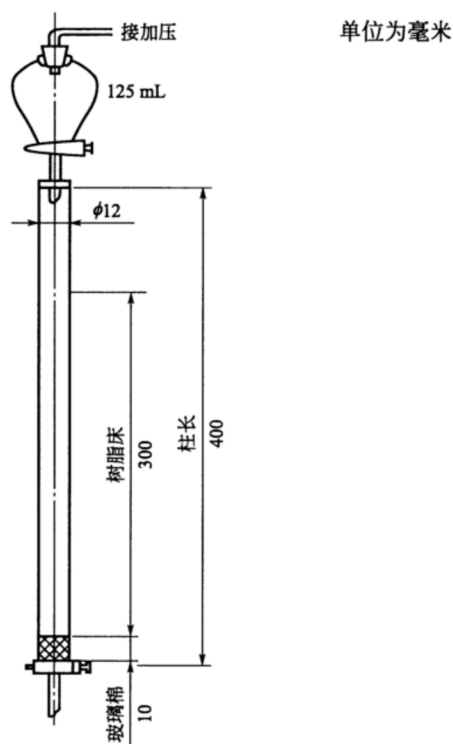


图 1 离子交换柱

5.4.3.2 分液漏斗：125 mL，固定在铁环上，与离子交换柱顶部连接。

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

5.4.3.4 硬质玻璃试管： $\Phi 25\ \text{mm}\times 200\ \text{mm}$ 。

5.4.3.5 水浴锅：可控于微沸。

5.4.3.6 分光光度计：波长范围 $350\ \text{nm}\sim 800\ \text{nm}$ 。

5.4.3.7 电热恒温干燥箱：温度可控制在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 离子交换柱的准备

将离子交换柱固定在架子上，关闭活塞，在柱子底部填 1 cm 厚的玻璃棉，倒入约 10 mL 水浸湿。将树脂倒入柱内，使树脂床高为 30 cm，用盐酸溶液浸设备用。树脂使用前按树脂再生步骤中的处理过程处理后，即可进样。

5.4.4.2 树脂的再生

每次样品洗脱分离完毕，用 200 mL 盐酸溶液流过树脂床且浸泡过夜使树脂再生。使用前使 50 mL 盐酸溶液流过柱子，关闭离子交换柱的活塞，将柱子充满水，塞上橡皮塞，倒转几次使树脂松动，排出空气泡。将离子交换柱竖直固定在架子上，用水先慢速洗树脂，然后以 $5.5\ \text{mL}/\text{min}\sim 6.0\ \text{mL}/\text{min}$ 流速洗至流出液的 pH 值为 $4.5\sim 5.0$ （用水约 80 mL）。维持液面高于树脂层 1 cm，关闭离子交换柱和分液漏斗的活塞，备用。

离子交换柱树脂床中不能有气泡；每次分离完毕，树脂必须再生；在再生树脂和分离样品的全过程中，要保持柱中液面高出树脂层约 1 cm，不能流干。

5.4.4.3 校准曲线的绘制

分别准确移取五氧化二磷标准溶液 0.0 mL（试剂空白）、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL 于硬质玻璃试管中，加水稀释至 25 mL，加入 10 mL 钼酸铵-硫酸溶液，在沸水浴中加热至少 30 min，保证水解完全。冷却至室温，分别移入 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，混匀。用分光光度计，在波长 650 nm 处，以 2 cm 比色皿，用试剂空白作参比测定校准曲线系列溶液的吸光度。以五氧化二磷的质量（mg）为横坐标、对应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

5.4.4.4 最佳色谱分离条件的选择

选定离子交换柱，装入处理好的树脂，按 5.4.4.5 制备试样溶液，进样，加入洗脱溶液，每 5 mL 流出液收集为一份，置于硬质玻璃试管中，加水稀释至 25 mL。按 5.4.4.3 分别测定吸光度，从校准曲线上查得对应的五氧化二磷的质量（mg），绘制流出曲线，从而确定最佳分离条件。

推荐选用内径 10 mm 柱，树脂床高 300 mm，柱流速 5.5 mL/min~6.0 mL/min，用 70 mL 0.15 mol/L 氯化钾溶液、90 mL 0.25 mol/L 氯化钾溶液、90 mL 0.50 mol/L 氯化钾溶液，70 mL 0.75 mol/L 氯化钾溶液依次洗脱正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐、三偏磷酸盐。如图 2 所示。当树脂批号或离子交换柱参数改变时，需用已知组成的样品，选用合适的洗提溶液，核对离子交换柱色谱分离的准确性。

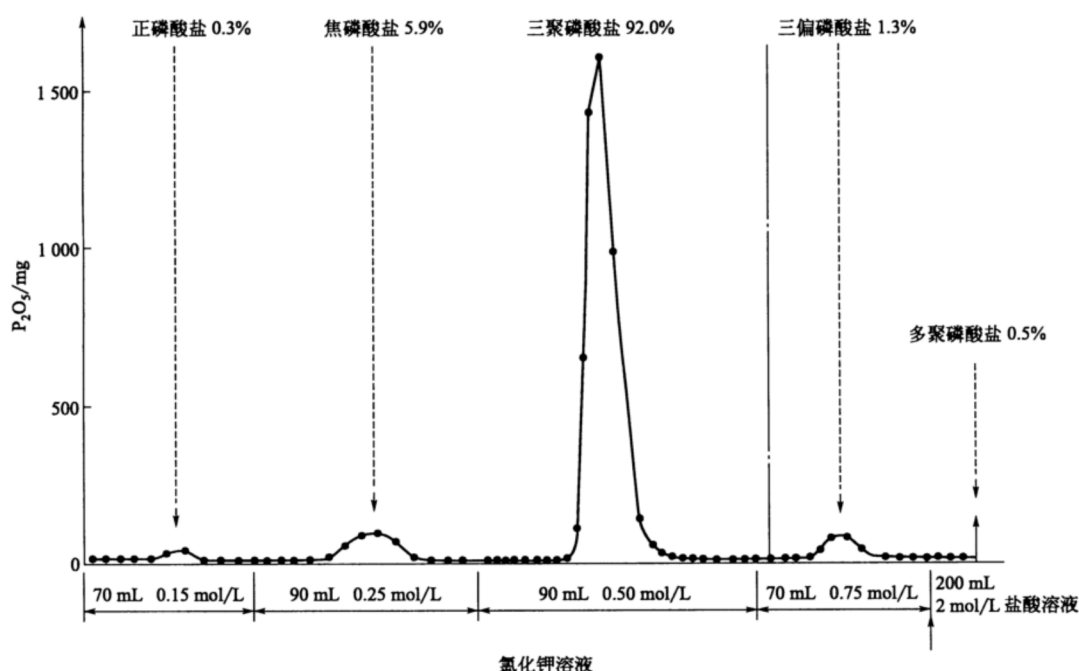


图 2 测定洗提条件示意图

5.4.4.5 试样溶液的配制

称取约 1 g 试样，精确至 0.2 mg。加水溶解，移入 500 mL 容量瓶中，加入 10 mL 缓冲溶液，用水稀释至刻度，混匀（若混浊需过滤）。

5.4.4.6 色谱分离

准确吸取 10 mL 试样溶液于离子交换柱上端的分液漏斗中，打开分液漏斗和离子交换柱的活塞，使试液流入树脂床。用 10 mL 0.15 mol/L 氯化钾溶液冲洗分液漏斗，再加入 60 mL 0.15 mol/L 氯化钾溶液，控制流速 5.5 mL/min~6.0 mL/min，洗提液可弃去；再用 90 mL 0.25 mol/L 氯化钾溶液冲洗分液漏斗，控制流速 5.5 mL/min~6.0 mL/min，洗提液可弃去。用 90 mL 0.50 mol/L 氯化钾溶液洗提分离三聚磷酸盐组分，将三聚磷酸钠流出液收集于 400 mL 高型烧杯中。

5.4.4.7 三聚磷酸钠含量的测定

在三聚磷酸钠洗出液中，加入 15 mL 硝酸溶液、70 mL 水，煮沸 40 min。用水冲洗表面皿和烧杯壁，控制溶液体积约为 100 mL，再加热至近沸腾。趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，煮沸约 1 min。冷却至室温。

用已于 180 °C ± 5 °C 下恒量的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀 3 次，每次用水约 15 mL。将沉淀移入坩埚式过滤器中，继续用水洗涤。所用洗涤水共约 150 mL。于 180 °C ± 5 °C 下烘干至恒量。同时进行空白试验。

5.4.5 结果计算

三聚磷酸钠含量以质量分数 w_1 计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0)M_1/3M_2}{m \times (10/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——试样溶液的磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克 (g)；

m_0 ——空白试验的磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克 (g)；

M_1 ——三聚磷酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_1 = 367.86$)；

M_2 ——磷钼酸喹啉的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_2 = 2\,212.73$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

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 0.3%。

5.5 总磷酸盐含量的测定

5.5.1 方法提要

在酸性溶液中试样全部水解为正磷酸盐，加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀，过滤、洗涤、干燥、称量。

5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 硝酸。

5.5.2.2 硝酸溶液：1+1。

5.5.2.3 喹钼柠酮溶液。

5.5.3 仪器设备

坩埚式过滤器：滤板孔径为 5 μm~15 μm。

5.5.4 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中，加水溶解。全部转移到 500 mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。此为试液 A。

移取 15.00 mL 试液 A，置于 400 mL 高型烧杯中，加入 15 mL 硝酸溶液、70 mL 水，煮沸 15 min。趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液，煮沸 1 min。冷却至室温。

用已于 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下恒量的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀 3 次，每次用水约 15 mL。将沉淀移入坩埚式过滤器中，继续用水洗涤。所用洗涤水共约 150 mL。于 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒量。同时进行空白试验。

5.5.5 结果计算

总磷酸盐（以 P_2O_5 计）含量以质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0)M_1/2M_2}{m \times (15/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——试样溶液的磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——空白试验的磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

M_1 ——五氧化二磷的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1 = 141.94$ ）；

M_2 ——磷钼酸喹啉的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2 = 2212.73$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

5.5.6 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 0.3%。

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 仪器设备

5.6.1.1 坩埚式过滤器：滤板孔径为 $16\text{ }\mu\text{m} \sim 40\text{ }\mu\text{m}$ 。

5.6.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.2 分析步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g。置于 400 mL 烧杯中，用约 200 mL 水溶解，煮沸 10 min。趁热用预先于 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量的坩埚式过滤器抽滤，洗涤沉淀直至滤液无磷酸盐（滤液滴加喹钼柠酮溶液不产生黄色沉淀）。将不溶物连同坩埚式过滤器于 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量。

5.6.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

(23)

5.6.4 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 0.01%。

5.7 铁含量的测定

5.7.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中的 3 价铁还原成 2 价铁。在 pH 值为 2~9 时，2 价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物，使用分光光度计在最大吸收波长 510 nm 下测其吸光度。

5.7.2 样品溶液的制备

称取 1 g 试样，精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中，加入 40 mL 水和 20 mL 盐酸溶液（1+1），盖上表面皿，加热煮沸 1 h。冷却后，用氨水溶液（1+3）或盐酸溶液（1+1）调节溶液 pH 值接近 2（用精密 pH 值试纸检验），将溶液全部转移到 100 mL 容量瓶中。

5.7.3 测定

选用 4 cm 吸收池，在波长 510 nm 下，按照 GB/T 22596 的规定进行。

5.7.4 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 2%。

5.8 pH 值的测定

5.8.1 仪器设备

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

5.8.2 分析步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 250 mL 烧杯中，用 100 mL 不含二氧化碳的水溶解，在室温下测定溶液的 pH 值。

5.8.3 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 pH 单位。

5.9 白度的测定

5.9.1 仪器设备

5.9.1.1 白度计：采用 D65 光源或 A 光源，读数精度达到小数点后 1 位。

5.9.1.2 标准白板：符合 GB/T 9086 的规定。放置于干燥器中避光保存。

5.9.1.3 工作标准白板：符合 GB/T 3979 的规定。可用表面平整、无污点、无裂纹和无影响其使用性能的划痕的白色陶瓷板，放置于干燥器中避光保存。应每月用标准白板自行标定，标定 3 次以上的平均值为工作标准白板的白度值，3 次测定的极差应不大于 0.3%。

5.9.2 分析步骤

按照仪器使用说明书开机、预热和调整仪器至最佳工作状态。根据试样的密度及压样器的容积选

择合适试样量，按 GB/T 9086 规定的步骤压成表面平整、无裂纹和无污点的试样板，每个试样同时压制两块。用标准白板或工作白板校准仪器至示数稳定后对试样进行测定。

5.9.3 结果计算

白度以 W_r 计，从仪器上直接读出或按公式 (4) 计算：

$$W_r = 0.925Z + 1.16 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

Z ——测得试样的值（试样板的三刺激值）。

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 0.3%。

5.10 砷含量的测定

5.10.1 方法原理

试样经加酸处理后，加入硫脲和抗坏血酸使 5 价砷预还原为 3 价砷，再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢，由氬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的浓度成正比，与标准系列比较定量。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 水：GB/T 6682，一级。

5.10.2.2 盐酸：优级纯。

5.10.2.3 硝酸：优级纯。

5.10.2.4 盐酸溶液：1+19。

5.10.2.5 硝酸溶液：1+1。

5.10.2.6 硝酸溶液：1+4。

5.10.2.7 硫脲-抗坏血酸溶液。

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

5.10.2.8 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。

5.10.2.9 砷标准贮备液：0.1 mg/mL。

5.10.2.10 砷标准溶液：0.2 μ g/mL。

移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中，加入 5.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。临用时移取 2.00 mL 此溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加入 5.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。

5.10.3 仪器设备

5.10.3.1 原子荧光光谱仪。

5.10.3.2 砷空心阴极灯。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 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 24 h，然后用水冲洗干净，备用。

5.10.4.2 校准曲线的绘制

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 6 个 100 mL 容量瓶中，分别加入 5.0 mL 盐酸、10 mL 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 0 μg/L、4 μg/L、8 μg/L、12 μg/L、16 μg/L、20 μg/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（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-氢氧化钠溶液浓度、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，使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

5.10.4.3 样品的测定

称取约 1.0 g 固体试样，精确至 0.2 mg。置于 100 mL 容量瓶中，加水充分溶解后稀释至刻度，摇匀，作为试液 A。移取 5.00 mL 试液 A，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 水、2 mL 硝酸溶液（1+1），盖上表面皿，煮沸并保持微沸约 1 min。冷至室温后，转移至 100 mL 容量瓶中，分别加入 5.0 mL 盐酸、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 5.10.4.2 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查得或计算出砷的质量浓度。

5.10.5 结果计算

砷含量以质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m(V_1/V_2)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ρ ——由校准曲线或回归方程查得或计算出的砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

V ——试液 A 的总体积的数值，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 的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=5$ ）；

V_2 ——试液 A 稀释后的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=100$ ）。

5.10.6 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应不大于 0.000 05%。

5.11 铅含量、镉含量的测定

5.11.1 方法提要

在酸性介质中加入适量的碘化钾，试液中的 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 与 I^- 形成稳定的离子缔合物，用 4-甲基-2-戊酮（MIBK）萃取，在选择的最佳测定条件下用原子吸收光谱法测定铅含量、镉含量。

5.11.2 试剂和材料

5.11.2.1 水：GB/T 6682，一级。

5.11.2.2 盐酸：优级纯。

5.11.2.3 硝酸：优级纯。

5.11.2.4 4-甲基-2-戊酮（MIBK）。

5.11.2.5 盐酸溶液：1+1。

5.11.2.6 硝酸溶液：1+1。

5.11.2.7 抗坏血酸-碘化钾溶液。

称取 25 g 抗坏血酸和 41.5 g 碘化钾，加水溶解，转移到 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.11.2.8 铅标准贮备液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

5.11.2.9 镉标准贮备液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Cd。

称取 0.100 0 g 金属镉（99.9%以上），置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液，加热驱除氮氧化物。冷却后，移入 1 000 mL 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。

5.11.2.10 铅、镉混合标准溶液。

分别移取 10.00 mL 铅标准贮备液和 1.00 mL 镉标准贮备液，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液每毫升含有 0.01 mg Pb、0.001 mg Cd，现用现配。

5.11.3 仪器设备

5.11.3.1 原子吸收光谱仪。

5.11.3.2 铅空心阴极灯。

5.11.3.3 镉空心阴极灯。

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 校准曲线的绘制

按表 2 移取一定体积的铅、镉混合标准溶液，置于 100 mL 烧杯中，以下按 5.11.4.2 的步骤操作。以测定的吸光度为纵坐标、相对应的铅的质量浓度或镉的质量浓度为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

表 2

移取铅、镉混合标准溶液的体积/mL	0.00	1.50	3.00	4.50
MIBK 中 Pb 的浓度/（mg/L）	0	1.50	3.00	4.50
MIBK 中 Cd 的浓度/（mg/L）	0	0.15	0.30	0.45

5.11.4.2 试液的测定

称取约 1 g 试样，精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 水、10 mL 盐酸溶液，盖上表面皿，煮沸，保持微沸至体积减少到约 10 mL。冷至室温后，全部转移到 125 mL 分液漏斗中，加

入 20 mL 抗坏血酸-碘化钾溶液、10 mL 4-甲基-2-戊酮 (MIBK)，振摇 2 min，再静置 10 min。然后弃去水相，将萃取液收集于干燥的容量瓶中，在仪器的最佳工作条件下，分别于波长 217.0 nm 及 228.8 nm 处，以试剂空白调零，测定铅、镉的吸光度。

5.11.5 结果计算

5.11.5.1 铅含量以质量分数 w_5 计，按公式 (6) 计算：

$$w_5 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ρ ——根据试液的吸光度从校准曲线上查得的铅的质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

V ——试液 (有机相) 的体积的数值，单位为毫升 (mL) ($V=10$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

5.11.5.2 镉含量以质量分数 w_6 计，按公式 (7) 计算：

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ρ ——根据试液的吸光度从校准曲线上查得的镉的质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

V ——试液 (有机相) 的体积的数值，单位为毫升 (mL) ($V=10$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

5.11.6 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铅应不大于 0.000 05%、镉应不大于 0.000 01%。

5.12 铬含量的测定

5.12.1 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。

5.12.2 试剂和材料

5.12.2.1 水：GB/T 6682，一级。

5.12.2.2 盐酸：优级纯。

5.12.2.3 硝酸：优级纯。

5.12.2.4 盐酸溶液：1+1。

5.12.2.5 硝酸溶液：1+1。

5.12.2.6 铬标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

5.12.2.7 铬标准溶液：1 μ g/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。

5.12.3 仪器设备

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

5.12.3.2 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。

5.12.3.3 发热炉：石墨或耐高温金属制。

5.12.3.4 铬空心阴极灯。

5.12.4 分析步骤

5.12.4.1 称取约 $1\ \text{g}$ 试样，精确至 $0.2\ \text{mg}$ 。置于 $200\ \text{mL}$ 烧杯中，加少量水，再加入 $10.0\ \text{mL}$ 盐酸溶液，加热煮沸至溶液清亮，保持微沸 $5\ \text{min}$ 。取下，冷却，转移至 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。此为试样溶液。

5.12.4.2 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，使加入铬标准溶液后的铬的质量浓度依次为 $0.00\ \mu\text{g/L}$ 、 $20.00\ \mu\text{g/L}$ 、 $40.00\ \mu\text{g/L}$ 、 $60.00\ \mu\text{g/L}$ ，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，在波长 $429.0\ \text{nm}$ 处测其吸光度。

5.12.4.3 以加入标准溶液的铬的质量浓度 ($\mu\text{g/L}$) 为横坐标、相应的吸光度为纵坐标绘制曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为所测试样溶液中铬的质量浓度。

5.12.5 结果计算

铬含量以质量分数 w_7 计，按公式 (8) 计算：

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ρ ——试样溶液中铬的质量浓度的数值，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

V ——测定时试样溶液的总体积的数值，单位为毫升 (mL) ($V=100$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

5.12.6 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应不大于 $0.000\ 05\%$ 。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定：

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，正常情况下每 3 个月至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时，应进行型式检验：

——更新关键设备和生产工艺；

——主要原料有变化；

——停产又恢复生产；

——与上次型式检验有较大的差异；

——合同规定。

- b) 要求中规定的三聚磷酸钠、总磷酸盐、水不溶物、铁、pH 值、白度指标为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 用相同材料、基本相同的生产条件、连续生产或同一班组生产的三聚磷酸钠为一批。

6.3 按 GB/T 6678 规定的采样技术确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500 g，分装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶或封样袋中，密封。瓶上粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品；另一瓶保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6.5 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的水处理剂三聚磷酸钠应附有质量检验报告和质量合格证。

7.3 采用双层包装，内包装采用聚乙烯薄膜袋，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 或 GB/T 10454 的规定。每袋净质量 25 kg、50 kg、1 t 或依顾客要求而定。包装的内袋用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。

7.4 水处理剂三聚磷酸钠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。

7.5 水处理剂三聚磷酸钠应贮存在阴凉、干燥、通风的仓库内，不得与有害有毒物质混存。自生产之日起，产品保质期为 2 年。