

ICS 71.100.80  
G 77

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5565~5566—2019

---

### 水 处 理 剂 硫酸铝铁和氯化铝铁 (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 5565—2019	水处理剂	硫酸铝铁 .....	( 1 )
HG/T 5566—2019	水处理剂	氯化铝铁 .....	(23)

ICS 71. 100. 80  
G 77

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5565—2019

---

### 水 处 理 剂 硫 酸 铝 铁

Water treatment chemicals—Aluminium iron sulfate

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 次

前言 ..... II

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 要求 ..... 1

4 试验方法 ..... 2

    4.1 通则 ..... 2

    4.2 氧化铝（Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）含量的测定 ..... 2

    4.3 pH 值的测定 ..... 5

    4.4 密度的测定 ..... 5

    4.5 不溶物含量的测定 ..... 5

    4.6 铁含量的测定 ..... 6

    4.7 砷含量的测定 ..... 7

    4.8 铅含量的测定 ..... 9

    4.9 镉含量的测定 ..... 11

    4.10 汞含量的测定 ..... 13

    4.11 铬含量的测定 ..... 15

5 检验规则 ..... 16

6 标志、包装、运输和贮存 ..... 16



## 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：深圳市中润水工业技术发展有限公司、同济大学、衡阳市建衡实业有限公司、淄博正河净水剂有限公司、成都汇锦水务发展有限公司、洛阳市誉龙净水材料有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、常州清流环保科技有限公司、斯瑞尔环境科技股份有限公司、蓝保（厦门）水处理科技有限公司、胜利油田新邦石油科技有限责任公司、上海高桥大同净水材料有限公司、东莞市华清净水技术有限公司、浙江水知音环保科技有限公司等。

本标准主要起草人：李润生、李风亭、何朝晖、杨爱国、李勇、王龙庆、白莹、韩晓刚、周小江、吕奋勇、辛胜、欧国华、刘胜利、俞明华、付春平。

# 水处理剂 硫酸铝铁

**警示——**水处理剂硫酸铝铁属于 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。本标准所使用的 4-甲基-2-戊酮具有刺激性，应在通风橱内进行操作。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了水处理剂硫酸铝铁的要求、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硫酸铝铁，该产品主要用于工业用水、污水及污泥脱水处理。水处理剂硫酸铝铁原料用酸应符合 GB/T 534 的规定。

## 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 534 工业硫酸

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 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 22592 水处理剂 pH 值测定方法通则

GB/T 22594—2008 水处理剂 密度测定方法通则

## 3 要求

**3.1 外观：**褐色至黑褐色透明液体。

**3.2 水处理剂硫酸铝铁指标应符合表 1 的要求。**

表 1

项 目	指 标
氧化铝（含铝、铁，以 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 计）的质量分数/% $\geq$	8.0
pH 值（10 g/L 水溶液）	1.0~3.0
密度（20℃）/（g/cm <sup>3</sup> ） $\geq$	1.300
不溶物的质量分数/% $\leq$	0.3
总铁（Fe）的质量分数/% $\geq$	2.0
亚铁（ $\text{Fe}^{2+}$ ）的质量分数/% $\leq$	1.0
砷（As）的质量分数/% $\leq$	0.002
铅（Pb）的质量分数/% $\leq$	0.002
镉（Cd）的质量分数/% $\leq$	0.000 2
汞（Hg）的质量分数/% $\leq$	0.000 02
铬（Cr）的质量分数/% $\leq$	0.02
注：表中所列总铁、亚铁、砷、铅、镉、汞、铬的质量分数均按 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 含量为 10.0% 计， $\text{Al}_2\text{O}_3$ 含量不等于 10.0% 时按实际含量折算成 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 为 10.0% 产品比例计算出相应的质量分数。	

#### 4 试验方法

##### 4.1 通则

本标准中原子吸收光谱法和原子荧光光谱法应使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水；其他测定应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 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。

##### 4.2 氧化铝（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）含量的测定

###### 4.2.1 氯化锌标准溶液滴定法（仲裁法）

###### 4.2.1.1 方法提要

用硝酸溶液将试样酸化，在 pH 值为 3 时加入过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液，使其与铝、铁离子络合，然后用氯化锌标准滴定溶液回滴过量的 EDTA 溶液，得出氧化铝（含铝、铁）含量。

###### 4.2.1.2 试剂或材料

4.2.1.2.1 硝酸溶液：1+12。

4.2.1.2.2 氨水溶液：1+1。

4.2.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

## 4.2.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH 值 5.5。

称取 272 g 乙酸钠（三水），溶于水中，加入 19 mL 冰乙酸，稀释至 1 000 mL。

4.2.1.2.5 氧化铝标准溶液：1 mL 溶液含 0.001 g  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。

称取 0.529 3 g 高纯铝丝（ $\geq 99.99\%$ ），精确至 0.2 mg。置于 200 mL 聚乙烯杯中，加入 20 mL 水，再加入约 3 g 氢氧化钠，使其全部溶解透明（必要时在水浴上加热），用盐酸溶液（1+1）调节至酸性后再加入 10 mL，使其透明。冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

4.2.1.2.6 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。按如下步骤制备：

- 配制：称取 3.5 g 氯化锌（ $\text{ZnCl}_2$ ），溶于盐酸溶液（体积分数 0.05%）中，稀释至 1 L，摇匀。
- 标定：移取 20 mL EDTA 溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，以下按 4.2.1.3 中从“加入 10 mL 硝酸溶液，……”进行操作，读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量  $V_0$ ，mL。移取 20 mL EDTA 溶液和 40 mL 氧化铝标准溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，以下按 4.2.1.3 中从“加入 10 mL 硝酸溶液，……”进行操作，读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量  $V$ ，mL。
- 结果计算：氯化锌标准滴定溶液的浓度  $c(\text{ZnCl}_2)$ ，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按公式（1）计算：

$$c(\text{ZnCl}_2) = \frac{V_1 \rho_1 \times 10^3}{(V_0 - V)M/2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V_1$ ——氧化铝标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1 = 40$ ）；

$\rho_1$ ——氧化铝标准溶液的质量浓度的数值，单位为克每毫升（g/mL）；

$V_0$ ——空白消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V$ ——返滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$M$ ——氧化铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M = 101.96$ ）。

## 4.2.1.2.7 百里酚蓝溶液：1 g/L 乙醇溶液。

## 4.2.1.2.8 二甲酚橙指示液：5 g/L。

## 4.2.1.3 试验步骤

称取 5 g~6 g 试样，精确至 0.2 mg。用水溶解后，移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液为试液 A。

移取 10 mL 试液 A，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 硝酸溶液，煮沸 1 min。冷却至室温后，加入 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液，再加入 3 滴~4 滴百里酚蓝溶液，用氨水溶液中和至试液从红色到黄色，煮沸 2 min。冷却后，加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 2 滴二甲酚橙指示液，再加入 50 mL 水，用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色即为终点。同时做空白试验。

## 4.2.1.4 结果计算

氧化铝（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）含量以质量分数  $w_1$  计，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V)cM/2] \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$V_0$ ——空白试验消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V$ ——试样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的实际浓度的准确数值，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）（ $M=101.96$ ）；

$m$ ——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）（ $V_1=10$ ）；

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

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.2.1.5 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 0.1%。

#### 4.2.2 硫酸铜标准溶液滴定法

##### 4.2.2.1 方法提要

在 pH 值为 4.3 时使乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液与铝、铁离子络合，以 PAN 为指示剂，用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA 溶液，得出氧化铝（含铝、铁）含量。

##### 4.2.2.2 试剂或材料

###### 4.2.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

###### 4.2.2.2.2 氨水溶液：1+1。

###### 4.2.2.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH 约 4.3。

将 42.3 g 无水乙酸钠溶于水中，加入 80 mL 冰乙酸，用水稀释至 1 L，摇匀。

###### 4.2.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

###### 4.2.2.2.5 氧化铝标准溶液：1 mL 溶液含 0.001 g $\text{Al}_2\text{O}_3$ 。

同 4.2.1.2.5。

###### 4.2.2.2.6 硫酸铜标准滴定溶液： $c(\text{CuSO}_4) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。按如下步骤制备：

- 配制：称取 6.3 g 硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ），溶于水，加入 2 滴硫酸溶液（1+1），用水稀释至 1 L，摇匀。
- 标定：移取 20 mL EDTA 溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，以下按 4.2.2.3 中从“加入 2 mL 盐酸溶液，……”进行操作，读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量  $V_0$ ，mL。移取 20 mL EDTA 溶液和 20 mL 氧化铝标准溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，以下按 4.2.2.3 中从“加入 2 mL 盐酸溶液，……”进行操作，读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量  $V$ ，mL。
- 结果计算：硫酸铜标准滴定溶液的浓度  $c(\text{CuSO}_4)$ ，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按公式（3）计算：

$$c(\text{CuSO}_4) = \frac{V_1 \rho_1 \times 10^3}{(V_0 - V)M/2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$V_1$ ——氧化铝标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=20$ ）；

$\rho_1$ ——氧化铝标准溶液的质量浓度的数值，单位为克每毫升（g/mL）；

$V_0$ ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V$ ——返滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$M$ ——氧化铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=101.96$ ）。

#### 4.2.2.2.7 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）指示液。

将 0.3 g PAN 溶于 100 mL 95% 乙醇中。

#### 4.2.2.2.8 甲基橙指示液：1 g/L。

#### 4.2.2.3 试验步骤

移取 10 mL 试液 A（4.2.1.3），置于 250 mL 锥形瓶中，加入 2 mL 盐酸溶液，煮沸 1 min。加入 20.00 mL EDTA 溶液，再加水至约 100 mL。滴加 2 滴甲基橙指示液，用氨水溶液将试液颜色调至红色突变为黄色，再加入 1 滴盐酸溶液。加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，煮沸 2 min。加入 4 滴～5 滴 PAN 指示液，稍冷（约 95℃），以硫酸铜标准滴定溶液滴定至紫红色。同时做空白试验。

#### 4.2.2.4 结果计算

氧化铝（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）含量以质量分数  $w_1$  计，数值以 % 表示，按公式（4）计算：

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V)cM/2] \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$V_0$ ——空白试验消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V$ ——试样消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——硫酸铜标准滴定溶液的实际浓度的准确数值，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）（ $M=101.96$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$V_1$ ——移取试液 A（4.2.1.3）的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=10$ ）；

$V_A$ ——试液 A（4.2.1.3）的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_A=250$ ）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.2.2.5 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 0.1%。

#### 4.3 pH 值的测定

按 GB/T 22592 的规定测定。

#### 4.4 密度的测定

按 GB/T 22594—2008 第 3 章的规定测定。

#### 4.5 不溶物含量的测定

##### 4.5.1 方法提要

试样用 pH 值为 2.0～2.5 的水溶解后，经过滤、洗涤、烘干至恒量，求出不溶物含量。

##### 4.5.2 试剂或材料

##### 4.5.2.1 稀释用水：pH 值 2.0～2.5。

取 1 L 水，边搅拌边加入约 22 mL 0.5 mol/L 盐酸溶液，调节 pH 值至 2.0~2.5（用酸度计测量）。

4.5.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

4.5.3 仪器设备

4.5.3.1 电热恒温干燥箱：10℃~200℃。

4.5.3.2 布氏漏斗： $d=100\text{ mm}$ 。

4.5.4 试验步骤

称取约 30 g 试样，精确至 0.001 g。置于 250 mL 烧杯中，加入约 150 mL 稀释用水，充分搅拌，使试样溶解。然后，在布氏漏斗中，用恒量的中速定量滤纸抽滤。

用水洗至无  $\text{Cl}^-$  时（用硝酸银溶液检验），将滤纸连同滤渣于 100℃~105℃ 干燥至恒量。

4.5.5 结果计算

不溶物含量以质量分数  $w_2$  计，数值以 % 表示，按公式（5）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后滤纸和滤渣的质量的数值，单位为克（g）；

$m_0$ ——滤纸的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

4.5.6 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 0.03%。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 方法提要

在 pH 值为 1.5~2.0、温度为 60℃~70℃ 的溶液中，以磺基水杨酸钠为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液直接络合滴定 3 价铁。向溶液中加入过硫酸铵，在温度为 70℃ 的溶液用 EDTA 标准滴定溶液继续滴定，测得 2 价铁。总铁即为 2 价铁与 3 价铁的合量。

4.6.2 试剂或材料

4.6.2.1 盐酸溶液：1+1。

4.6.2.2 氨水溶液：1+1。

4.6.2.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.025\text{ mol/L}$ 。

4.6.2.4 磺基水杨酸钠指示液：100 g/L。

4.6.2.5 过硫酸铵溶液：10 g/L。

此溶液现用现配。

#### 4.6.3 试验步骤

移取 20 mL 试液 A(4.2.1.3)，用氨水溶液或盐酸溶液调节 pH 值至 1.5~2.0（使用精密 pH 试纸检查）。将溶液加热至 70℃，加入 10 滴磺基水杨酸钠指示液，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液缓慢滴定至无色突变为亮黄色，记下消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积  $V_1$ 。加入 2 mL 过硫酸铵溶液，将溶液再加热至 70℃，再用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至紫红色消失，记下消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的总体积  $V_2$ 。

#### 4.6.4 结果计算

总铁含量以质量分数  $w_3$  计，数值以 % 表示，按公式 (6) 计算：

$$w_3 = \frac{V_2 c M \times 10^{-3}}{m V / V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

亚铁含量以质量分数  $w_4$  计，数值以 % 表示，按公式 (7) 计算：

$$w_4 = \frac{(V_2 - V_1) c M \times 10^{-3}}{m V / V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$V_2$ ——试样消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_1$ ——不加过硫酸铵时滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的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)；

$V$ ——移取试液 A (4.2.1.3) 的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V=20$ )；

$V_A$ ——试液 A (4.2.1.3) 的总体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_A=250$ )。

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.6.5 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 0.05%。

#### 4.7 砷含量的测定

##### 4.7.1 方法提要

试样经加酸处理后，加入硫脲使 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。

##### 4.7.2 试剂或材料

###### 4.7.2.1 盐酸。

###### 4.7.2.2 硝酸。

###### 4.7.2.3 盐酸溶液：1+19。

###### 4.7.2.4 硝酸溶液：1+1。



## 4.7.2.5 硝酸溶液：1+4。

## 4.7.2.6 硫脲-抗坏血酸溶液：该溶液含有硫脲 50 g/L、抗坏血酸 50 g/L。

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。

## 4.7.2.7 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。

## 4.7.2.8 砷标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

## 4.7.2.9 砷标准溶液：0.2 μg/mL。

移取 10.00 mL 砷标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 5.0 mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。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。此溶液现用现配。

## 4.7.3 仪器设备

## 4.7.3.1 原子荧光光度计。

## 4.7.3.2 砷空心阴极灯。

## 4.7.4 试验步骤

## 4.7.4.1 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（1+4）浸泡 24 h，然后用水冲洗干净，备用。

## 4.7.4.2 校准曲线的绘制

4.7.4.2.1 分别移取 0.00 mL（空白）、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 砷标准溶液于 5 个 100 mL 容量瓶中，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，放置 30 min。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。

4.7.4.2.2 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、相对应的砷的质量浓度（μg/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。

## 4.7.4.3 样品的测定

移取 5 mL 试液 A（4.2.1.3），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，煮沸约 1 min。冷却至室温后，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，放置 30 min。按 4.7.4.2.2 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），由校准曲线查得或由回归方程计算出砷的质量浓度。

## 4.7.5 结果计算

砷含量以质量分数  $w_5$  计，数值以 % 表示，按公式（8）计算：

$$w_5 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m V_1 / V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

(12)

式中：

$\rho$ ——由校准曲线查得或由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)；

$V_1$ ——移取试液 A (4.2.1.3) 的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_1=5$ )；

$V_A$ ——试液 A (4.2.1.3) 的总体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_A=250$ )。

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.7.6 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 5%。

### 4.8 铅含量的测定

#### 4.8.1 电加热原子吸收光谱法 (仲裁法)

##### 4.8.1.1 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，求出铅含量。

##### 4.8.1.2 试剂或材料

###### 4.8.1.2.1 硝酸溶液：1+1。

###### 4.8.1.2.2 铅标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

###### 4.8.1.2.3 铅标准溶液：1 $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 10.00 mL 铅标准贮备溶液，置于 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。

##### 4.8.1.3 仪器设备

###### 4.8.1.3.1 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。

###### 4.8.1.3.2 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。

###### 4.8.1.3.3 发热炉：石墨或耐高温金属制。

###### 4.8.1.3.4 铅空心阴极灯。

##### 4.8.1.4 试验步骤

4.8.1.4.1 称取约 10 g 试样，精确至 0.2 mg。置于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 水、10 mL 硝酸溶液，盖上表面皿，煮沸 1 min。冷却至室温后，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试液 B。

4.8.1.4.2 分别移取 0.00 mL (空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中，加入 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，在波长 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，绘制校准曲线或计算回归方程。

4.8.1.4.3 移取 5 mL 试液 B，置于 50 mL 容量瓶中，按 4.8.1.4.2 中从“加入 1 mL 硝酸溶

液，……”操作，由校准曲线查得或由回归方程计算出铅的质量浓度。

#### 4.8.1.5 结果计算

铅含量以质量分数  $w_6$  计，数值以 % 表示，按公式 (9) 计算：

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

式中：

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

$V$ ——测定时试样溶液的总体积的数值，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) ( $V_1=5$ )；

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

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.8.1.6 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 5 %。

### 4.8.2 火焰原子吸收光谱法

#### 4.8.2.1 方法提要

在酸性介质中加入适量的碘化钾，试液中的  $\text{Pb}^{2+}$  与  $\text{I}^-$  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火焰原子吸收光谱法测定铅含量。

#### 4.8.2.2 试剂或材料

##### 4.8.2.2.1 4-甲基-2-戊酮 (MIBK)。

##### 4.8.2.2.2 硝酸溶液：1+1。

##### 4.8.2.2.3 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。

##### 4.8.2.2.4 铅标准贮备溶液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

##### 4.8.2.2.5 铅标准溶液：0.01 mg/mL。

移取 10.00 mL 铅标准贮备溶液，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。此溶液现用现配。

#### 4.8.2.3 仪器设备

##### 4.8.2.3.1 原子吸收光谱仪。

##### 4.8.2.3.2 铅空心阴极灯。

#### 4.8.2.4 试验步骤

##### 4.8.2.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL (空白)、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL 铅标准溶液，置于 4 个 100 mL 烧杯

中,加入 20 mL 水、1 mL 硝酸溶液,盖上表面皿,煮沸 1 min。冷却至室温后,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。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 处,以试剂空白调零,测定铅的吸光度。以铅标准溶液的质量浓度 (mg/L) 为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

#### 4.8.2.4.2 试液的测定

称取约 2 g 试样,精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中,以下按 4.8.2.4.1 中从“加入 20 mL 水、……”操作,由校准曲线查得或由回归方程计算出铅的质量浓度。

#### 4.8.2.5 结果计算

铅含量以质量分数  $w_6$  计,数值以 % 表示,按公式 (10) 计算:

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

式中:

$\rho$ ——由校准曲线查得或由回归方程计算出的试液 (有机相) 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)。

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.8.2.6 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 5%。

### 4.9 镉含量的测定

#### 4.9.1 电加热原子吸收光谱法 (仲裁法)

##### 4.9.1.1 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。

##### 4.9.1.2 试剂或材料

###### 4.9.1.2.1 硝酸溶液: 1+1。

###### 4.9.1.2.2 镉标准贮备溶液: 0.1 mg/mL。

###### 4.9.1.2.3 镉标准溶液: 0.1 $\mu$ g/mL。

移取 10.00 mL 镉标准贮备溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。再取 10.00 mL 该溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

##### 4.9.1.3 仪器设备

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

###### 4.9.1.3.2 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。

4.9.1.3.3 发热炉：石墨或耐高温金属制。

4.9.1.3.4 镉空心阴极灯。

#### 4.9.1.4 试验步骤

4.9.1.4.1 分别移取 0.00 mL（空白）、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 镉标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中，加入 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，在波长 228.8 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，绘制校准曲线或计算回归方程。

4.9.1.4.2 移取 2 mL 试液 B（4.8.1.4.1），置于 50 mL 容量瓶中，按 4.9.1.4.1 中从“加入 1 mL 硝酸溶液，……”操作，由校准曲线查得或由回归方程计算出镉的质量浓度。

#### 4.9.1.5 结果计算

镉含量以质量分数  $w_7$  计，数值以 % 表示，按公式（11）计算：

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中：

$\rho$ ——由校准曲线查得或由回归方程计算出的试样中镉的质量浓度的数值，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 B（4.8.1.4.1）的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=2$ ）；

$V_B$ ——试液 B（4.8.1.4.1）的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_B=250$ ）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.9.1.6 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 %。

### 4.9.2 火焰原子吸收光谱法

#### 4.9.2.1 方法提要

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

#### 4.9.2.2 试剂或材料

4.9.2.2.1 4-甲基-2-戊酮（MIBK）。

4.9.2.2.2 硝酸溶液：1+1。

4.9.2.2.3 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。

4.9.2.2.4 镉标准贮备溶液：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。

#### 4.9.2.2.5 镉标准溶液：0.001 mg/mL。

移取 1.00 mL 镉标准贮备溶液，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。此溶液现用现配。

#### 4.9.2.3 仪器设备

##### 4.9.2.3.1 原子吸收光谱仪。

##### 4.9.2.3.2 镉空心阴极灯。

#### 4.9.2.4 试验步骤

##### 4.9.2.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL（空白）、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL 镉标准溶液，置于 4 个 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 水、1 mL 硝酸溶液，盖上表面皿，煮沸 1 min。冷却至室温后，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。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，于波长 228.8 nm 处，以试剂空白调零，测定镉的吸光度。以镉标准溶液的质量浓度（mg/L）为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

##### 4.9.2.4.2 试液的测定

称取约 2 g 试样，精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中，以下按 4.9.2.4.1 中从“加入 20 mL 水、……”操作，由校准曲线查得或由回归方程计算出镉的质量浓度。

#### 4.9.2.5 结果计算

镉含量以质量分数  $w_7$  计，数值以 % 表示，按公式（12）计算：

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中：

$\rho$ ——由校准曲线查得或由回归方程计算出的试液（有机相）中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）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.9.2.6 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 05 %。

### 4.10 汞含量的测定

#### 4.10.1 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（ $\text{KBH}_4$ ）还原成原子态汞，由载气（氦气）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。

#### 4.10.2 试剂或材料

4.10.2.1 硝酸。

4.10.2.2 盐酸。

4.10.2.3 硝酸溶液：1+1。

4.10.2.4 硝酸溶液：1+4。

4.10.2.5 盐酸溶液：1+19。

4.10.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液。

称取 2.5 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。该溶液现用现配。

4.10.2.7 汞标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

4.10.2.8 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。

4.10.2.9 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 盐酸，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

#### 4.10.3 仪器设备

4.10.3.1 原子荧光光度计。

4.10.3.2 汞空心阴极灯。

#### 4.10.4 试验步骤

##### 4.10.4.1 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（1+4）浸泡 24 h，然后用水冲洗干净，备用。

##### 4.10.4.2 校准曲线的绘制

4.10.4.2.1 分别取 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 6 个 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸，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。

4.10.4.2.2 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，绘制校准曲线或计算回归方程。

##### 4.10.4.3 样品的测定

称取约 2 g 试样，精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中，加入 30 mL 水、1 mL 硝酸溶液（1+

1), 盖上表面皿, 煮沸约 1 min。冷却至室温后, 转移至 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 盐酸, 用水稀释至刻度, 摇匀。按 4.10.4.2.2 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), 由校准曲线查得或由回归方程计算出汞的质量浓度。

#### 4.10.5 结果计算

汞含量以质量分数  $w_8$  计, 数值以 % 表示, 按公式 (13) 计算:

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

$\rho$ ——由校准曲线查得或由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 ( $\mu\text{g/L}$ );

$V$ ——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)。

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.10.6 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 0.000 005 %。

#### 4.11 铬含量的测定

##### 4.11.1 方法提要

用原子吸收火焰光谱法, 在波长 357.9 nm 处以空气-乙炔火焰测定铬原子的吸光度, 求出铬含量。

##### 4.11.2 试剂或材料

4.11.2.1 硝酸溶液: 1+1。

4.11.2.2 铬标准贮备溶液: 0.1 mg/mL。

4.11.2.3 铬标准溶液: 0.05 mg/mL。

移取 50.00 mL 铬标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 硝酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。

##### 4.11.3 仪器设备

4.11.3.1 原子吸收分光光度计。

4.11.3.2 铬空心阴极灯。

##### 4.11.4 试验步骤

4.11.4.1 分别移取 0.00 mL (空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液, 置于 5 个 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 硝酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准系列铬含量分别为 0 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、3 mg/L、4 mg/L。在仪器的最佳工作条件下, 于波长 357.9 nm 处, 以空白调零, 测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标、相对应的铬含量为横坐标, 绘制校准曲线或计算回归方程。



4.11.4.2 移取 25 mL 试液 B (见 4.8.1.4.1), 置于 50 mL 容量瓶中, 按 4.11.4.1 中从“加入 1 mL 硝酸溶液, ……”操作, 测定。由校准曲线查得或由回归方程计算出铬的质量浓度。

#### 4.11.5 结果计算

铬含量以质量分数  $w_9$  计, 数值以%表示, 按公式 (14) 计算:

$$w_9 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

$\rho$ ——试样中铬的质量浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

$V$ ——测定时试样溶液的总体积的数值, 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 (4.8.1.4.1) 的体积的数值, 单位为毫升 (mL) ( $V_1=25$ );

$V_B$ ——试液 B (4.8.1.4.1) 的总体积的数值, 单位为毫升 (mL) ( $V_B=250$ )。

计算结果表示到小数点后 2 位。

#### 4.11.6 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不大于 0.005%。

### 5 检验规则

5.1 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。其中氧化铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、总铁 (Fe)、亚铁 ( $\text{Fe}^{2+}$ ) 应逐批检验。

5.2 每批产品应不超过 100 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

5.4 聚乙烯塑料桶采样时, 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, 分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中, 密封。

5.5 贮罐装运的产品采样时, 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, 取出约 800 mL, 分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中, 密封。

5.6 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。

5.7 按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

5.8 检验结果中如果有一项指标不符合本标准要求, 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。

### 6 标志、包装、运输和贮存

6.1 水处理剂硫酸铝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、净质量、批号和生产日期、标准编号以及 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标志。

6.2 每批出厂的水处理剂硫酸铝铁产品都应附有质量检验报告及质量合格证。

- 6.3 水处理剂硫酸铝铁采用聚乙烯塑料桶包装。用户需要时，水处理剂硫酸铝铁也可用贮罐装运。
- 6.4 水处理剂硫酸铝铁在运输过程中应有遮盖物，并保持包装完整、标志清晰。运输应满足腐蚀性物质的相关规定。
- 6.5 水处理剂硫酸铝铁产品贮存期为 6 个月。
-