



中华人民共和国国家标准

GB/T 10531—2016
代替 GB 10531—2006

水处理剂 硫酸亚铁

Water treatment chemicals—Ferrous sulphate

2016-10-13 发布

2017-05-01 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 分子式和相对分子质量	1
4 产品分类	1
5 要求	1
6 试验方法	2
6.1 通则	2
6.2 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量的测定	2
6.3 二氧化钛含量的测定	3
6.4 不溶物含量的测定	5
6.5 游离酸(以 H_2SO_4 计)含量的测定	6
6.6 砷含量的测定	7
6.7 铅、镉含量的测定	8
6.8 汞含量的测定	10
6.9 铬含量的测定	13
7 检验规则	14
8 标志、包装、运输和贮存	14

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 10531—2006《水处理剂 硫酸亚铁》，与 GB 10531—2006 相比主要技术变化如下：

- 标准属性由强制性修改为推荐性；
- 将Ⅱ类产品硫酸亚铁指标修改为“ ≥ 87.0 ”(见 5.2, 2006 年版的 4.2)；
- 增加了镉、汞、铬等指标(见 5.2, 2006 年版的 4.2)；
- 将砷斑法修改为原子荧光光谱法(见 6.6, 2006 年版的 5.5)；
- 将电加热原子吸收光谱法测定铅修改为萃取后火焰原子吸收光谱法测定铅、镉(见 6.7, 2006 年版的 5.6)。

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。

本标准起草单位：焦作市源波环保科技有限公司、深圳市长隆科技有限公司、清水源(上海)环保科技有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司、鞍钢附企水处理有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、南京南南精细化工有限公司。

本标准主要起草人：来保胜、董林辉、王洪涛、沈烈翔、赵俊岩、邵宏谦、尹显才、白莹、王妍、李琳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 10531—1989、GB 10531—2006。



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

本标准规定了硫酸亚铁水处理剂的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于硫酸亚铁水处理剂。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。

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 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

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:277.97(按2013年国际相对原子质量)

4 产品分类

硫酸亚铁水处理剂按用途分为两类:

——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。

5 要求

5.1 外观:淡绿色或淡黄绿色结晶。

5.2 硫酸亚铁按相应的试验方法测定应符合表1要求。

表 1

指标项目		指标		试验方法
		I 类	II 类	
硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)的质量分数 $w_1/\%$	$\geq$	90.0	87.0	6.2
二氧化钛(TiO_2)的质量分数 $w_2/\%$	$\leq$	0.75	1.00	6.3
不溶物的质量分数 $w_3/\%$	$\leq$	0.50	0.50	6.4
游离酸(以 H_2SO_4 计)的质量分数 $w_4/\%$	$\leq$	1.00	2.00	6.5
砷(As)的质量分数 $w_5/\%$	$\leq$	0.000 2	0.001	6.6
铅(Pb)的质量分数 $w_6/\%$	$\leq$	0.000 4	0.002	6.7
镉(Cd)的质量分数 $w_7/\%$	$\leq$	0.000 1	0.000 5	6.7
汞(Hg)的质量分数 $w_8/\%$	$\leq$	0.000 02	0.000 1	6.8
铬(Cr)的质量分数 $w_9/\%$	$\leq$	0.001	0.005	6.9
本产品 I 类产品用于生产饮用水用水处理剂的原料时,应符合相关法律法规要求。				

6 试验方法

6.1 通则

本标准所用试剂和水,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。
试验中所需标准滴定溶液、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。

6.2 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量的测定

6.2.1 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。

6.2.2 试剂和材料

6.2.2.1 硫酸溶液:1+1。

6.2.2.2 磷酸溶液:1+1。

6.2.2.3 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 约 0.1 mol/L。

6.2.3 测定

称取约 1 g 试样,精确到 0.2 mg,置于 250 mL 锥形瓶中,用 50 mL 水溶解。加 10 mL 硫酸溶液和 4 mL 磷酸溶液。以高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色(30 s 不褪色)即为终点。同时做空白试验。

6.2.4 结果计算

硫酸亚铁($\text{Fe}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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);

V_0 ——空白试验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($\text{Fe}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)
 $[M(\text{Fe}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})=277.97]$;

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.2.5 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应不大于0.4%。

6.3 二氧化钛含量的测定

6.3.1 金属铝还原法(仲裁法)

6.3.1.1 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。

6.3.1.2 试剂和材料

6.3.1.2.1 硫酸。

6.3.1.2.2 硫酸铵。

6.3.1.2.3 金属铝片:质量分数不小于99.5%,厚度为0.1 mm。

6.3.1.2.4 二氧化钛:光谱纯。

6.3.1.2.5 碳酸氢钠饱和溶液。

6.3.1.2.6 高锰酸钾溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 约0.1 mol/L。

6.3.1.2.7 硫酸铁铵标准滴定溶液: $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ 约0.06 mol/L,按如下步骤配制:

a) 称取30 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 置于1 000 mL容量瓶中,用含30 mL硫酸的300 mL水溶解。滴加高锰酸钾溶液,直至溶液呈粉红色,用水稀释至刻度,摇匀。如溶液不清,则过滤。称取0.19 g~0.21 g 二氧化钛按6.3.1.4的操作步骤进行标定。

b) 硫酸铁铵标准滴定溶液的浓度 $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(2)计算:

$$c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = \frac{m/M}{V \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——称取二氧化钛的质量的数值,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) $[M(\text{TiO}_2)=79.86]$ 。

6.3.1.2.8 硫氰酸铵指示剂:95 g/L溶液。

6.3.1.3 仪器、设备

玻璃液封管:见图1。也可选择其他合适的吸收器。



图1 玻璃液封管

6.3.1.4 分析步骤

称取预先在 105 ℃ ~ 110 ℃ 干燥 2 h 的试样约 2 g, 精确至 0.2 mg, 置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 10 g 硫酸铵、20 mL 硫酸, 摇匀, 于电炉上徐徐加热, 再强热至试样全部溶解成澄清溶液。冷却后加 50 mL 水、25 mL 盐酸, 摇匀。再加入金属铝片 2.5 g, 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 3 min ~ 5 min, 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 2 mL, 继续滴定至淡橙色为止。

6.3.1.5 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:

$$w_2 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V —— 滴定试样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) [$M(\text{TiO}_2) = 79.86$];

m —— 试料的质量的数值, 单位为克(g)。

6.3.2 分光光度法

6.3.2.1 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。

6.3.2.2 试剂和材料

6.3.2.2.1 二氧化钛: 光谱纯。

6.3.2.2.2 硫酸溶液: 1+1。

6.3.2.2.3 硫酸溶液: 1+99。

6.3.2.2.4 磷酸溶液: 1+1。

6.3.2.2.5 过氧化氢(30%溶液): 1+30。

6.3.2.2.6 二氧化钛标准溶液: 0.2 mg/mL。称取 0.200 0 g 二氧化钛置于 250 mL 烧杯中, 加入 50 mL 硫酸、30 g 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 1 000 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

6.3.2.2.7 铁标准溶液: 2 mg/mL。称取 17.26 g 硫酸铁铵, 用硫酸溶液(1+99)溶解后, 移入 1 000 mL

容量瓶中,用硫酸溶液(1+99)稀释至刻度,摇匀。

6.3.2.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

6.3.2.4 分析步骤

6.3.2.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL(试剂空白溶液)、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 二氧化钛标准溶液。分别加水至约 50 mL,加 10 mL 硫酸溶液(1+1)、5 mL 磷酸溶液,摇匀。冷却至室温后,加入 5 mL 过氧化氢溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,在 410 nm 波长下,用 3 cm 吸收池,以试剂空白为参比,测量吸光度。以二氧化钛的质量(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。

6.3.2.4.2 试液的制备

称取(5.00±0.01)g 试样于 200 mL 烧杯中。用硫酸溶液(1+99)溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用硫酸溶液(1+99)稀释至刻度,摇匀。同时在一个 100 mL 容量瓶中,加入 10.00 mL 铁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀,此为空白试液。

6.3.2.4.3 测定

移取 10 mL 试液,置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 50 mL,以下按 6.3.2.4.1 的步骤进行操作,测定吸光度。由校准曲线或回归方程查得或计算出二氧化钛的质量。

6.3.2.5 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:

$$w_2 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \frac{V}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——由校准曲线或回归方程查得或计算出的二氧化钛的质量,单位为毫克(mg);

V ——移取试液的体积的数值,单位为毫升($V=10$ mL);

V_0 ——试液的总体积的数值,单位为毫升($V_0=500$ mL);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.3.2.6 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应不大于 0.02%。

6.4 不溶物含量的测定

6.4.1 方法提要

试样用含少量硫酸的水溶解后,经过滤、洗涤、烘干至恒量,求出不溶物含量。

6.4.2 试剂和材料

硫酸溶液:1+99。



6.4.3 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

6.4.4 测定

称量约 10 g 试样,精确到 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中。加入 200 mL 水和 2 mL 硫酸,搅拌。充分溶解后,用预先于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 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 5 mL)。再用水洗涤 8 次~10 次(每次约 5 mL),于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量。

6.4.5 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:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_2 ——不溶物连同坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——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)。

6.4.6 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应不大于 0.04 %。

6.5 游离酸(以 H_2SO_4 计)含量的测定

6.5.1 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。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 异丙醇。

6.5.2.2 盐酸溶液:1+7。

6.5.2.3 氢氧化钠溶液:50 g/L。

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 酚酞指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

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

6.5.3 仪器、设备

古氏坩埚:25 mL。在古氏坩埚筛板上下各均匀地铺 1 mm~2 mm 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 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下烘干。

6.5.4 测定

称取约 5 g 试样,精确到 0.01 g,置于 250 mL 碘量瓶中。加 50 mL 异丙醇,摇动 10 min。用古氏坩埚过滤,尽可能将硫酸亚铁遗留在瓶中。每次用 10 mL 异丙醇将瓶中的残渣洗涤三次,最后用 10 mL 异丙醇洗涤古氏坩埚。在滤液中加三至四滴酚酞指示剂,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。

6.5.5 结果计算

游离酸(以 H_2SO_4 计)含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{(V - V_0)c \frac{M}{2} \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

V ——滴定试样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);

V_0 ——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)[$M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98.06$];

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应不大于 0.05%。

6.6 砷含量的测定

6.6.1 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。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 水:GB/T 6682,一级。

6.6.2.2 盐酸:优级纯。

6.6.2.3 硝酸:优级纯。

6.6.2.4 盐酸溶液:1+19。

6.6.2.5 硝酸溶液:1+1。

6.6.2.6 硝酸溶液:1+4。

6.6.2.7 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。

6.6.2.8 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。

6.6.2.9 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

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

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 原子荧光光谱仪。

6.6.3.2 砷空心阴极灯。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 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。

6.6.4.2 校准曲线的绘制

分别取 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,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 $\mu\text{g/L}$ 、4 $\mu\text{g/L}$ 、8 $\mu\text{g/L}$ 、12 $\mu\text{g/L}$ 、16 $\mu\text{g/L}$ 。

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($\mu\text{g/L}$)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。

6.6.4.3 样品的测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中。加 10 mL 水、2 mL 硝酸溶液(1+1),盖上表面皿煮沸,待试样全部溶解后保持微沸约 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 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查得或计算出砷的质量浓度。

6.6.5 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:

$$w_5 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

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

V ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=100$ mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.6.6 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应不大于 0.000 05 %。

6.7 铅、镉含量的测定

6.7.1 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、镉含量。

6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 水:GB/T 6682,一级。

6.7.2.2 盐酸:优级纯。

6.7.2.3 硝酸:优级纯。

6.7.2.4 4-甲基-2-戊酮(MIBK)。

6.7.2.5 盐酸溶液:1+1。

6.7.2.6 硝酸溶液:1+1。

6.7.2.7 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。

6.7.2.8 铅标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

6.7.2.9 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。

6.7.2.10 铅、镉混合标准溶液:分别移取 10.00 mL 铅标准贮备液及 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。

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 原子吸收光谱仪。

6.7.3.2 铅空心阴极灯。

6.7.3.3 镉空心阴极灯。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 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 6.7.4.2 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

6.7.4.2 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 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 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。

6.7.5 结果计算

6.7.5.1 铅含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

ρ ——根据试液的吸光度从校准曲线上查得铅的质量浓度,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)($V=10$ mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.7.5.2 镉含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \text{..... (9)}$$

式中:

ρ ——根据试液的吸光度从校准曲线上查得镉的质量浓度,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)($V=10$ mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.7.6 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铅应不大于 0.000 05%,镉应不大于 0.000 01%。

6.8 汞含量的测定

6.8.1 原子荧光光谱法(仲裁法)

6.8.1.1 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(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,与标准系列比较定量。

6.8.1.2 试剂和材料

6.8.1.2.1 水:GB/T 6682,一级。

6.8.1.2.2 硝酸:优级纯。

6.8.1.2.3 盐酸:优级纯。

6.8.1.2.4 重铬酸钾。

6.8.1.2.5 硝酸溶液:1+1。

6.8.1.2.6 硝酸溶液:1+4。

6.8.1.2.7 盐酸溶液:1+19。

6.8.1.2.8 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。

6.8.1.2.9 汞标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.8.1.2.10 汞标准溶液(I):5 $\mu\text{g/mL}$ 。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。

6.8.1.2.11 汞标准溶液(II):0.05 $\mu\text{g/mL}$ 。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。

6.8.1.3 仪器、设备

6.8.1.3.1 原子荧光光谱仪。

6.8.1.3.2 汞空心阴极灯。

6.8.1.4 分析步骤

6.8.1.4.1 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。

6.8.1.4.2 校准曲线的绘制

分别取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 汞标准溶液(Ⅱ)于 5 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸,稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中汞含量分别为 0 $\mu\text{g/L}$ 、1 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$ 、3 $\mu\text{g/L}$ 、4 $\mu\text{g/L}$ 。

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,相对应的汞的质量浓度($\mu\text{g/L}$)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。

6.8.1.4.3 样品的测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 水、2 mL 硝酸溶液(1+1),盖上表面皿煮沸,待试样全部溶解后保持微沸约 1 min,冷至室温后转移至 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸,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查得或计算出汞的质量浓度。

6.8.1.5 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:

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

式中:

ρ ——由校准曲线或回归方程查得或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 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=100$ mL);

m ——试料的的质量的数值,单位为克(g)。



6.8.1.6 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应不大于 0.000 005%。

6.8.2 冷原子吸收法

6.8.2.1 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。

6.8.2.2 试剂和材料

6.8.2.2.1 水:GB/T 6682,一级。

6.8.2.2.2 硫酸:优级纯。

6.8.2.2.3 硝酸:优级纯。

6.8.2.2.4 盐酸:优级纯。

6.8.2.2.5 高锰酸钾:优级纯。

6.8.2.2.6 硫酸-硝酸混合液:量取 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。

6.8.2.2.7 盐酸溶液:1+1。

6.8.2.2.8 硫酸溶液:1+71。

6.8.2.2.9 高锰酸钾溶液:10 g/L。

6.8.2.2.10 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

6.8.2.2.11 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 2 mL 盐酸溶液及适量水使其溶解,稀释至 100 mL,混匀。

6.8.2.2.12 汞标准贮备液:0.1 mg/mL。

6.8.2.2.13 汞标准溶液:0.001 mg/mL。移取汞标准贮备液 10.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸溶液稀释至刻度。此溶液现用现配。



6.8.2.3 仪器、设备

6.8.2.3.1 原子吸收光谱仪或测汞仪。

6.8.2.3.2 汞空心阴极灯。

6.8.2.4 分析步骤

6.8.2.4.1 校准曲线的绘制

在 5 个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL,加水至 40 mL。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恰好消失,用水稀释至刻度,摇匀。

在波长 253.7 nm 处,以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,绘制校准曲线并计算回归方程。

6.8.2.4.2 测定

称取约 0.5 g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加水 10 mL、盐酸溶液 10 mL,盖上表面皿加热煮沸至溶液清亮,保持微沸 5 min,取下冷却,转移至 50 mL 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。

6.8.2.5 结果计算

汞含量以质量分数 w_s 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_s = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m ——由校准曲线或回归方程查得或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)。

6.8.2.6 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应不大于 0.000 002%。

6.9 铬含量的测定

6.9.1 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。

6.9.2 试剂和材料

6.9.2.1 水:GB/T 6682,一级。

6.9.2.2 盐酸:优级纯。

6.9.2.3 硝酸:优级纯。

6.9.2.4 盐酸溶液:1+1。

6.9.2.5 硝酸溶液:1+1。

6.9.2.6 铬标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

6.9.2.7 铬标准溶液:1 μg/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。

6.9.3 仪器、设备

6.9.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μL~500 μL 微量液体流量计或自动进样器。

6.9.3.2 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。

6.9.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

6.9.3.4 铬空心阴极灯。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 称取约 1 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 水、10 mL 盐酸溶液,盖上表面皿,加热煮沸至溶液清亮,保持微沸 5 min,取下冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,加水稀至刻度,摇匀。此为试样溶液。

6.9.4.2 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,使标准加入铬标准溶液后的浓度依次为 0.00 μg/L、20.00 μg/L、40.00 μg/L、60.00 μg/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 429.0 nm 处测其吸光度。

6.9.4.3 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,交点即为所测试样溶液中铬的质量浓度。

6.9.5 结果计算

铬含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_9 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

ρ ——试样溶液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)($V=100$ mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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应不大于 0.000 5%。

7 检验规则

7.1 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,正常情况下每三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) 要求中规定的硫酸亚铁($\text{Fe}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量、二氧化钛含量、不溶物、游离酸(以 H_2SO_4 计)等四项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 每批产品应不超过 200 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

7.4 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 100 g;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 100 g。将所取试样迅速混匀。按四分法缩分至 500 g,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。

7.5 按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

7.6 检验结果中如果有一项指标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。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 硫酸亚铁的外包装上应涂刷牢固清晰的标志,注明:生产厂名、产品名称、类别、生产日期、批号、净质量、商标、本标准编号、GB/T 191 规定的“怕雨”标志。散装产品应在装货清单上注明以上内容。

8.2 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。

8.3 硫酸亚铁采用内衬塑料袋、外套编织袋的双层包装,内袋扎口(或热合),外袋应牢固封口。每袋净质量 50 kg(或依顾客要求而定)。也可散装。

8.4 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。

8.5 硫酸亚铁应贮存在阴凉、通风干燥的库房内。贮存期两个月。

