

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4672—XXXX  
代替 HG/T 4672-2014

水处理剂 聚氯化铁

Water treatment chemicals—Poly ferric chloride

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 4672—2014《水处理剂 聚氯化铁》，与HG/T 4672—2014相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了原料要求（见5.2）；
- 修改了水处理剂聚氯化铁的部分指标（见表1，2014年版的表1）；
- 增加了氨氮和TOC指标（见表1）；
- 增加了氨氮测定方法（见6.8）；
- 增加了TOC测定方法（见6.15）；
- 删除了砷含量测定第二法“砷斑法”（2014年版的5.8.2）；
- 增加了原子荧光光谱法测定砷含量并作为仲裁法（见6.10.1）；
- 增加了原子荧光光谱法测定汞含量（见6.12.1）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件于2014年首次发布，本次为第一次修订。

# 水处理剂 聚氯化铁

**警告：**水处理剂 聚氯化铁属于GB 6944-2012规定的第8类腐蚀性物质。操作人员进行作业时，应佩戴防护用具，避免与人体直接接触。如不慎接触，应立即用大量水冲洗，严重时立即就医。本文件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

本文件规定了水处理剂聚氯化铁的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于水处理剂聚氯化铁。

注：该产品主要用于工业用水、废水和污水以及污泥处理。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 320 工业用合成盐酸

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 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 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682-2008 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 33086 水处理剂 砷和汞含量的测定 原子荧光光谱法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 示性式

$[\text{Fe}_2(\text{OH})_n \text{Cl}_{6-n}]_m$  式中：  $0 < n < 2$       $1 < m < 10$

## 5 要求

5.1 原料要求：盐酸优先采用符合 GB 320 的工业用合成盐酸；含铁原料应符合相应的国家或行业标准要求，符合相关政府部门的批复且满足国家相关法律法规的要求。

5.2 宜采用国家鼓励的先进技术工艺，不应使用国家或有关部门发布的淘汰或禁止的技术、工艺或材料，不得超越范围选用限制使用的材料生产。

5.3 外观：红褐色液体。

5.4 水处理剂聚氯化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	检验方法
铁(Fe <sup>3+</sup> )的质量分数, %	≥ 10.0	6.3
亚铁(Fe <sup>2+</sup> )的质量分数, %	≤ 0.2	6.4
盐基度的质量分数, %	5.0~30.0	6.5
水不溶物的质量分数, %	≤ 0.3	6.6
密度(20℃), g/cm <sup>3</sup>	≥ 1.20	6.7
氨氮(以N计)的质量分数, %	≤ 0.05	6.8
锌(Zn)的质量分数, %	≤ 0.05	6.9
砷(As)的质量分数, %	≤ 0.0005	6.10
铅(Pb)的质量分数, %	≤ 0.002	6.11
汞(Hg)的质量分数, %	≤ 0.00005	6.12
镉(Cd)的质量分数, %	≤ 0.0005	6.13
铬(Cr)的质量分数, %	≤ 0.005	6.14
TOC, %	≤ 0.04	6.15

## 6 试验方法

**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。

### 6.1 通则

本文件所用试剂，除非另有规定，仅使用分析纯试剂和GB/T 6682-2008规定的三级水。

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。

### 6.2 外观

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定。

### 6.3 铁(Fe<sup>3+</sup>)含量的测定

#### 6.3.1 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。

#### 6.3.2 试剂或材料

##### 6.3.2.1 碘化钾。

##### 6.3.2.2 硝酸银溶液：17g/L。

##### 6.3.2.3 盐酸溶液：1+1。

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

##### 6.3.2.5 淀粉指示液：10g/L。

#### 6.3.3 仪器设备

坩埚式过滤器：滤板孔径为5μm~15μm。

#### 6.3.4 分析步骤

##### 6.3.4.1 试验溶液的制备

称取约20g试样，精确至0.2mg，置于250mL烧杯中，加入约100mL水，搅拌。用预先于105℃~110℃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）。将滤液和洗涤液移入500mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。此溶液为试液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。

#### 6.3.4.2 测定

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

同时作空白试验。

#### 6.3.5 结果计算

铁（Fe<sup>3+</sup>）含量以质量分数  $w_1$  计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \quad (1)$$

式中：

$V$ ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——空白消耗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）（ $V_A=500$ ）。

#### 6.3.6 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0.2%。

### 6.4 亚铁含量的测定

#### 6.4.1 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。

#### 6.4.2 试剂或材料

##### 6.4.2.1 磷酸。

##### 6.4.2.2 硫酸溶液：1+5。

6.4.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7)$  约 0.05mol/L。移取 0.1 mol/L 的重铬酸钾标准滴定溶液 100mL，置于 200mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

##### 6.4.2.4 二苯胺磺酸钠指示液：5g/L。

#### 6.4.3 分析步骤

移取100mL试液A于250mL锥形瓶中，加入20mL硫酸溶液、5mL磷酸和三至四滴二苯胺磺酸钠指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至蓝紫色。

#### 6.4.4 结果计算

亚铁（Fe<sup>2+</sup>）含量以质量分数  $w_2$  计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \quad (2)$$

式中：

$V$ ——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）；

$M$ ——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）（ $V_A=500$ ）。

#### 6.4.5 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不大于0.02%。

### 6.5 盐基度含量的测定

#### 6.5.1 方法提要

在试样中加过量盐酸，使聚合态铁解聚，以氟化钠作掩蔽剂，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的盐酸。

#### 6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 氟化钠溶液：40g/L。称取20g氟化钠于500mL聚乙烯烧杯中，以200mL不含二氧化碳的蒸馏水溶解后，稀释至500mL。加入2滴酚酞指示液，并用氢氧化钠溶液（4g/L）或盐酸溶液（1+1）调节至微红色，滤去不溶物后贮于聚乙烯瓶中。

6.5.2.2 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})$ 约0.5mol/L。

6.5.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})$ 约0.25mol/L。

6.5.2.4 酚酞指示液：10g/L乙醇溶液。

#### 6.5.3 分析步骤

称取适量试样（试样中的铁含量为0.25g~0.45g），精确至0.2mg，置于250mL锥形瓶中，加10.00mL盐酸标准溶液，盖上表面皿，置于电炉上加热至沸约10s后立即取下，冷却至室温，加入30mL氟化钠溶液，摇匀。加入五滴酚酞指示液，立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈现微红色即为终点。同时用不含二氧化碳的水做空白试验。

#### 6.5.4 结果计算

盐基度以质量分数  $w_3$  计，数值以%表示，按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(V_0 - V)cM_1 \times 10^{-3} / M_1}{mw_1 / M_2 / 3} \times 100 \quad (3)$$

式中：

$V_0$ ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V$ ——测定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的实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$w_1$ ——6.3测得的铁（ $\text{Fe}^{3+}$ ）含量的质量分数；

$M_1$ ——氢氧根 $[\text{OH}^-]$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=17.00$ ）；

$M_2$ ——铁 ( $\text{Fe}^{3+}$ ) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 ( $\text{g/mol}$ ) ( $M=55.85$ )。

#### 6.5.5 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 0.5%

### 6.6 水不溶物含量的测定

#### 6.6.1 方法提要

试样用水溶解后, 经过滤、洗涤、烘干至恒量, 计算出水不溶物含量。

#### 6.6.2 仪器设备

电热恒温干燥箱: 温度可控制为  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 。

#### 6.6.3 分析步骤

将 6.3.4.1 中保留的坩埚和残渣放入电热恒温干燥箱内, 在  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  下干燥至恒量。

#### 6.6.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数  $w_4$  计, 数值以 % 表示, 按式 (4) 计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

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)。

#### 6.6.5 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 0.02%。

### 6.7 密度的测定

#### 6.7.1 方法提要

由密度计在被测样品中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

#### 6.7.2 仪器设备

6.7.2.1 密度计: 分度值为  $0.001\text{g/cm}^3$ 。

6.7.2.2 恒温水浴: 可控温度 ( $20 \pm 0.1$ )  $^\circ\text{C}$ 。

6.7.2.3 量筒: 250mL 或 500mL。

#### 6.7.3 分析步骤

将试样缓慢注入清洁、干燥的量筒内, 不得有气泡。将量筒置于  $20^\circ\text{C}$  的恒温水浴中。待温度恒定后, 将清洁、干燥的密度计缓缓地放入试样中。其下端应离筒底 2cm 以上, 不能与筒壁接触, 密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过 2~3 分度。待密度计在试样中稳定后, 读出密度计弯月面下缘的刻度 (标有读弯月面上缘刻度的密度计除外), 即为  $20^\circ\text{C}$  时试样的密度。

### 6.8 氨氮的测定

#### 6.8.1 方法提要

试样加入氢氧化钠溶液调节 pH 为微碱性, 蒸馏释出的氨用硼酸溶液吸收, 以甲基红-亚甲蓝为指示剂, 用盐酸标准溶液滴定馏出液中的氨氮 (以 N 计)。

## 6.8.2 试剂或材料

- 6.8.2.1 无氨的水。
- 6.8.2.2 盐酸。
- 6.8.2.3 无水碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )：基准试剂。
- 6.8.2.4 硼酸溶液：20g/L。
- 6.8.2.5 氢氧化钠溶液：5%。
- 6.8.2.6 乙醇（95%）。
- 6.8.2.7 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})$  约 0.05mol/L。
- 6.8.2.8 甲基红-亚甲蓝混合指示液：称取 0.2g 甲基红溶于 100mL 95% 乙醇。称取 0.1g 亚甲蓝溶于 50mL 95% 乙醇。以两份甲基红溶液与一份亚甲蓝溶液混合后备用，此溶液可稳定 1 个月。

## 6.8.3 仪器设备

凯氏定氮仪。

## 6.8.4 分析步骤

将 50mL 硼酸吸收液移入接收瓶内，确保冷凝管出口在硼酸溶液液面以下。称取约 10g 试样，精确至 0.2mg，置于消解管内，加入约 50mL 蒸馏水，将消解管放到定氮仪的托盘上，套紧。按照凯氏定氮仪设置的参数进行蒸馏。在接收液中，加入 2 滴甲基红-亚甲蓝混合指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定，至馏出液由绿色变成淡紫色为终点，并记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，同时做空白试验。

## 6.8.5 结果计算

氮（以 N 计）含量以质量分数  $w_5$  计，数值以 % 表示，按式（5）计算：

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (5)}$$

式中：

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$V$ ——滴定试样所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，单位为 mL；

$V_0$ ——滴定空白所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，单位为 mL；

$c$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为 mol/L；

$M$ ——氮的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=14.01$ ）。

## 6.8.6 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 0.0002%。

## 6.9 锌含量的测定

### 6.9.1 方法提要

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

### 6.9.2 试剂或材料

- 6.9.2.1 水：GB/T 6682，二级水。
- 6.9.2.2 盐酸：优级纯。
- 6.9.2.3 盐酸溶液：1+1。
- 6.9.2.4 锌标准储备溶液：0.1mg/mL。

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

### 6.9.3 仪器设备

6.9.3.1 原子吸收光谱仪。

6.9.3.2 锌空心阴极灯。

### 6.9.4 分析步骤

#### 6.9.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 锌标准溶液于 6 个 100mL 容量瓶中，加入 4.0mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列的锌含量分别为 0、0.02mg、0.04mg、0.06mg、0.08mg、0.10mg。在仪器最佳工作状态下，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，相对应的锌含量为横坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

#### 6.9.4.2 测定

称取约 1.0g 试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试液 B。从试液 B 中移取 5.00mL 该溶液置于 100mL 容量瓶中，加入适量水后，加入 4.0mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按校准曲线测定的步骤操作，测其吸光度。

#### 6.9.4.3 结果计算

锌质量分数以  $w_6$  计，数值以%表示，按式（6）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{mV/V_B} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或回归方程计算出的锌的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——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）（ $V=5$ ）；

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

#### 6.9.4.4 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不大于 0.005%。

## 6.10 砷含量的测定

### 6.10.1 原子荧光光谱法（仲裁法）

按GB/T 33086的规定执行。

### 6.10.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法

#### 6.10.2.1 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，用分光光度计测定。

### 6.10.2.2 试剂或材料

- 6.10.2.2.1 无砷锌。
- 6.10.2.2.2 碘化钾。
- 6.10.2.2.3 三氯甲烷。
- 6.10.2.2.4 硫酸溶液：1+1。
- 6.10.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液：400g/L。
- 6.10.2.2.6 砷标准贮备溶液：0.1mg/mL。
- 6.10.2.2.7 砷标准溶液：0.001mg/mL。移取 10.00mL 砷标准贮备溶液于 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。该溶液现用现配。
- 6.10.2.2.8 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）：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。
- 6.10.2.2.9 乙酸铅棉花。

### 6.10.2.3 仪器设备

- 6.10.2.3.1 定砷器：见 GB 610—2008 中 4.2.2.3 条规定。
- 6.10.2.3.2 分光光度计：带有 1cm 吸收池。

### 6.10.2.4 分析步骤

#### 6.10.2.4.1 校准曲线的绘制

移取 0.00、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 砷标准溶液，置于六个定砷器中。各加水至约 50mL，加入 4mL 硫酸溶液、1g 碘化钾、2mL 氯化亚锡溶液，摇匀，放置 15min。

移取 5mL 吸收液注入吸收管内，迅速向定砷瓶中加入 3g 无砷锌，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 45min 取下吸收管，用三氯甲烷将吸收液体积补充至 5mL。

在 510nm 波长下，用 1cm 吸收池，以试剂空白为参比，测量各溶液的吸光度。

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。

#### 6.10.2.4.2 测定

称取 1g 试样，精确至 0.2mg，置于定砷器中，加水至约 50mL，使试样溶解。以下操作按 6.10.1.4.1 所述，从“加入 4mL 硫酸溶液……”开始，到“测量各溶液的吸光度”为止。

### 6.10.2.5 结果计算

砷含量以质量分数  $w_7$  计，数值以 % 表示，按式（7）计算：

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

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

$m_0$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

### 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不大于 0.00005%。

## 6.11 铅含量的测定

### 6.11.1 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，然后采用电加热原子吸收光谱法测定铅含量。

## 6.11.2 试剂或材料

- 6.11.2.1 水：GB/T 6682，二级水。
- 6.11.2.2 过氧化氢：优级纯。
- 6.11.2.3 硝酸：优级纯。
- 6.11.2.4 硝酸溶液：1+1。
- 6.11.2.5 铅标准贮备液：0.1mg/mL。
- 6.11.2.6 铅标准溶液：0.001mg/mL。移取 10.00mL 铅标准贮备液放入 1000mL 容量瓶中，加 20mL 硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。

## 6.11.3 仪器设备

- 6.11.3.1 原子吸收光谱仪：配有铅空心阴极灯。
- 6.11.3.2 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。
- 6.11.3.3 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。
- 6.11.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

## 6.11.4 分析步骤

### 6.11.4.1 校准曲线的绘制

分别移取0.00、1.00mL、2.00mL、3.00mL铅标准溶液于四个50mL容量瓶中，加1mL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283.3nm处测其吸光度。以铅含量（ $\mu$ g/L）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

### 6.11.4.2 测定

称取3g试样置于250mL烧杯中，精确至0.2mg，加水溶解后转移至1000mL容量瓶中，用水稀至刻度，摇匀。此溶液为试液C。

移取50mL试液C，置于250mL烧杯中，加水至100mL,小心加入2.0mL过氧化氢和2.0mL硝酸溶液，加热蒸发至溶液体积约为40mL，冷却至室温，将溶液完全转移至100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试液D。用与测定标准溶液相同的工作条件测定试液D的吸光度。

### 6.11.4.3 结果计算

铅含量以质量分数 $w_8$ 计，数值以%表示，按式（8）计算：

$$w_8 = \frac{\rho V_D \times 10^{-9}}{m_0 V/V_C} \times 100 \quad \text{..... (8)}$$

式中：

$\rho$ ——从校准曲线上查出或回归方程计算出的铅的质量浓度的数值，单位为毫克（ $\mu$ g/L）；

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

$m_0$ ——试料的的质量的数值，单位为克（g）；

$V$ ——移取试液C的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=50$ ）；

$V_C$ ——试液C的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_C=1000$ ）。

### 6.11.4.4 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0.0003%。

## 6.12 汞含量的测定

### 6.12.1 原子荧光光谱法（仲裁法）

按GB/T 33086的规定执行。

## 6.12.2 原子吸收光谱法

### 6.12.2.1 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。

### 6.12.2.2 试剂或材料

6.12.2.2.1 水：GB/T 6682，二级水。

6.12.2.2.2 硫酸：优级纯。

6.12.2.2.3 硝酸：优级纯。

6.12.2.2.4 盐酸：优级纯。

6.12.2.2.5 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。

6.12.2.2.6 硫酸溶液：1+71。

6.12.2.2.7 盐酸溶液：1+11。

6.12.2.2.8 高锰酸钾溶液：10g/L。

6.12.2.2.9 盐酸羟胺溶液：100g/L。

6.12.2.2.10 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。

6.12.2.2.11 汞标准贮备液：0.1mg/mL。

6.12.2.2.12 汞标准溶液：0.1μg/mL。移取汞标准贮备液 10.00mL 于 100mL 容量瓶中，用硫酸溶液稀释至刻度。再从中移取 10.00mL 上述溶液于 1000mL 容量瓶中，用硫酸溶液稀释至刻度。

### 6.12.2.3 仪器设备

6.12.2.3.1 原子吸收光谱仪或测汞仪。

6.12.2.3.2 汞空心阴极灯。

### 6.12.2.4 分析步骤

#### 6.12.2.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 50mL 容量瓶中，依次加入汞标准溶液 0、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汽为参比，测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生的汞蒸汽的吸光度。

以汞含量（μg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

#### 6.12.2.4.2 测定

移取 5g 试样，精确至 0.2mg，溶解后移入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，此溶液为试液 E。

移取 10mL 试液 E 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汽的吸光度。

#### 6.12.2.4.3 结果计算

汞含量以质量分数  $w_9$  计，数值以 % 表示，按式（9）计算：

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 V/V_E} \times 100 \quad \text{..... (9)}$$

式中：

$m$ ——从标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（ $\mu\text{g}$ ）；

$m_0$ ——试料的质量的数值，单位为克（ $\text{g}$ ）；

$V$ ——移取试液E的体积的数值，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）（ $V=10$ ）；

$V_E$ ——试液E的总体积的数值，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）（ $V_D=100$ ）。

#### 6.12.2.4.4 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0.000002%。

### 6.13 镉含量的测定

#### 6.13.1 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。

#### 6.13.2 试剂或材料

6.13.2.1 水：GB/T 6682，二级水。

6.13.2.2 硝酸：优级纯。

6.13.2.3 硝酸溶液：1+1。

6.13.2.4 镉标准贮备溶液：0.1mg/mL。

6.13.2.5 镉标准溶液：0.01mg/mL。移取10mL镉标准溶液贮备溶液于100mL容量瓶中，加2mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 6.13.3 仪器设备

6.13.3.1 原子吸收光谱仪。

6.13.3.2 镉空心阴极灯。

#### 6.13.4 分析步骤

6.13.4.1 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，相对应的镉含量吸光度为横坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

6.13.4.2 移取5.00mL试液E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，从校准曲线查得或回归方程计算出镉的含量。

#### 6.13.5 结果计算

镉含量以质量分数 $w_{10}$ 计，数值以%表示，按式（10）计算：

$$w_{10} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V / V_E} \times 100 \quad \text{..... (10)}$$

式中：

$m$ ——从校准曲线查得或回归方程计算出的镉的质量的数值，单位为毫克（ $\text{mg}$ ）；

$m_0$ ——试料的质量的数值，单位为克（ $\text{g}$ ）；

$V$ ——移取试液E的体积的数值，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）（ $V=5$ ）；

$V_E$ ——试液E的总体积的数值，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）（ $V_D=100$ ）。

#### 6.13.6 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0.00005%。

### 6.14 铬含量的测定

### 6.14.1 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。

### 6.14.2 试剂或材料

6.14.2.1 水：GB/T 6682，二级水。

6.14.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.14.2.3 铬标准贮备溶液：0.1mg/mL。

6.14.2.4 铬标准溶液：1μg/mL。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。

### 6.14.3 仪器设备

6.14.3.1 原子吸收光谱仪：铬空心阴极灯。

6.14.3.2 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。

6.14.3.3 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。

6.14.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

### 6.14.4 分析步骤

6.14.4.1 分别移取 0.00、1.00mL、2.00mL、3.00mL 铬标准溶液于四个 50mL 容量瓶中，加 1mL 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 429.0nm 处测其吸光度。以铬标准溶液的质量浓度（μg/L）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

6.14.4.2 用与测定标准溶液相同的工作条件测定试液 D 的吸光度。由校准曲线或回归方程得出铬的质量浓度。

### 6.14.5 结果计算

铬含量以质量分数 $w_{11}$ 计，数值以%表示，按式（11）计算：

$$w_{11} = \frac{\rho V_D \times 10^{-9}}{m_0 V / V_C} \times 100 \quad \text{..... (11)}$$

式中：

$\rho$ ——从校准曲线上查出或回归方程计算出的铅的质量浓度的数值，单位为毫克（μg/L）；

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

$m_0$ ——试料的的质量的数值，单位为克（g）；

$V$ ——移取试液C的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=50$ ）；

$V_C$ ——试液C的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_C=1000$ ）。

### 6.14.6 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0.0001%。

## 6.15 TOC 的测定

### 6.15.1 方法提要

试样经酸化曝气，其中的无机碳转化为二氧化碳去除，再将试样注入高温燃烧管中，可直接测定总有机碳。

### 6.15.2 试剂或材料

6.15.2.1 无二氧化碳的水。

6.15.2.2 磷酸（ $H_3PO_4$ ）：优级纯。

6.15.2.3 邻苯二甲酸氢钾 ( $C_8H_5KO_4$ )：优级纯。

6.15.2.4 磷酸溶液：10%。

6.15.2.5 有机碳标准储备溶液（以 C 计）：1000mg/L。准确称取预先在 110℃-120℃ 下干燥至恒重的邻苯二甲酸氢钾 2.1255g 溶于水中，完全溶解后转移至 1000ml 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液在 4℃ 条件下可保存两个月。

6.15.2.6 有机碳标准溶液（以 C 计）：100mg/L。移取 20mL 有机碳标准储备液于 200mL 容量瓶中，用纯水稀释至标线，混匀。在 4℃ 条件下贮存可稳定保存一周。

6.15.2.7 载气：氧气，纯度大于 99.99%。

### 6.15.3 仪器设备

非分散红外吸收 TOC 分析仪。

### 6.15.4 分析步骤

#### 6.15.4.1 仪器的调试

按 TOC 分析仪说明书设定条件参数，进行调试。

#### 6.15.4.2 校准曲线绘制

在一组七个 100ml 容量瓶中，分别加入 1.00、2.00、5.00、10.00、20.00、40.00、100.00ml 直接法标准使用液，用纯水稀释至标线，混匀。配置成总有机碳浓度为 0.0、2.0、5.0、10.0、20.0、40.0、100.0mg/L 的标准系列溶液，按照标准溶液测试的步骤测定其响应值。以标准系列溶液含碳量对应仪器响应值，绘制有机碳标准曲线。

上述标准液浓度可根据仪器和测定样品种类的不同进行调整。

#### 6.15.4.3 空白试验

用无二氧化碳水代替试样，按照 6.15.4.1 的步骤测定其响应值。每次试验应先检测无二氧化碳水的 TOC 含量，测定值应不超过 0.5mg/L。

#### 6.15.4.4 样品测定

称取一定体积的试样，酸化至  $pH \leq 2$ ，注入 TOC 分析仪，经曝气除去无机碳后导入高温氧化炉，记录相应的响应值。

### 6.15.5 结果计算

根据所测试样的响应值，由校准曲线计算出总有机碳的浓度  $\rho_{TOC}$ 。

### 6.15.6 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 0.001%。

## 7 检验规则

7.1 本文件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。其中铁、亚铁、盐基度、水不溶物、密度指标项目应逐批检验。

7.2 每批产品不超过 100t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。按 GB/T 6680 的规定采样，从贮槽、船舱、槽车的顶部进口插入液层的上、中、下三部分或从出料口分前、中、后三段采取 500mL 以上样品，混合均匀。将采取的样品分装于两个洁净干燥的塑料瓶中，密封。试剂瓶上粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样时间和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶备查，保存期为两个月。

7.4 采用 GB/T 8170-2008 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7.5 如果检验结果中有一项不符合本文件要求时，应加倍抽取样品重新核验，核验结果仍有一项不符合本文件要求时，整批产品为不合格。

## 8 标志、包装、运输和贮存

8.1 水处理剂聚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、净质量、批号、生产日期、本文件编号以及符合 GB 190 规定的腐蚀性物质的标识。

8.2 每批出厂的水处理剂聚氯化铁应附有质量检验报告和质量合格证。

8.3 聚氯化铁采用耐腐蚀槽车和聚乙烯塑料桶包装。

8.4 水处理剂聚氯化铁在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，避免撞击。

8.5 聚氯化铁溶液应贮存在专用耐腐蚀贮罐或槽车中，贮存期为六个月。

---