

ICS 71.060.50

CCS G12

HG

中华人民共和国化工行业文件

HG/T XXXX—XXXX

工业聚硫氯化铁

(征求意见稿)

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。

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。

本文件由全国化学文件化技术委员会无机化工分会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件主要起草单位：常州清流环保科技有限公司、……、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人： 。

工业聚硫氯化铁

警告：按 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本产品属第 8 类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。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

本文件规定了工业聚硫氯化铁的要求、试验方法、检验规则、标签、标志和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于经预处理后的废酸生产的工业聚硫氯化铁。

注：该产品主要用作工业污（废）水、污泥处理处置，禁止用于生活饮用水处理。

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/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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方法和判定

GB/T 14599 纯氧、高纯氧和超纯氧

GB/T 23952—2009 无机化工产品中总氮含量测定的通用方法 蒸馏-酸碱滴定法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第 3 部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式

示性式： $\text{Fe}_4(\text{OH})_{n+m}(\text{SO}_4)_{3-n/2}\text{Cl}_{6-m}$ $0 < n < 2, 0 < m < 2$

5 要求

5.1 外观：红褐色粘稠液体。

5.2 工业聚硫氯化铁按本文件的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标
全铁 (Fe) w/%	≥ 8.0
还原性物质 (以Fe计) w/%	≤ 0.2
盐基度 w/%	5.0~16.0
密度(20 ℃), g/cm ³	≥ 1.20
不溶物 w/%	$\leq 0.3^a$
氨态氮 (N) w/%	$\leq 0.05^a$
砷 (As) w/%	$\leq 0.0005^a$
铅 (Pb) w/%	$\leq 0.002^a$
镉 (Cd) w/%	$\leq 0.0005^a$
汞 (Hg) w/%	$\leq 0.00005^a$
铬 (Cr) w/%	$\leq 0.005^a$
锌 (Zn) w/%	$\leq 0.05^a$
镍 (Ni) w/%	$\leq 0.005^a$
总有机碳 (TOC) (以C计) / (mg/L)	$\leq 500^a$

a 不溶物、氨态氮 (N)、砷 (As)、锌 (Zn)、铅 (Pb)、镉 (Cd)、汞 (Hg)、铬 (Cr)、镍 (Ni)、总有机碳 (TOC) 的指标均按全铁质量分数为8%计算, 当全铁质量分数 \neq 8%时, 应将实际含量折算成全铁质量分数为8%产品比例, 计算出相应的质量分数。

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水, 在没有注明其它要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品, 在没有注明其它要求时, 均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下，烧杯中用目视法判定外观。

6.3 全铁（Fe）含量的测定

6.3.1 原理

在酸性溶液中，用氯化亚锡将三价铁还原为二价铁，过量的氯化亚锡用氯化汞除去，用重铬酸钾标准溶液滴定二价铁。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.3.2.2 硫-磷混酸：量取 150 mL 硫酸，缓慢注入到含 500 mL 水的烧杯中，冷却后加入 150 mL 磷酸，再次冷却后用水稀释到 1000 mL。

6.3.2.3 氯化亚锡溶液：250 g/L。称取 25.0 g 氯化亚锡置于干燥的烧杯中，加入 20 mL 盐酸，加热溶解，冷却后稀释到 100 mL，保存于棕色滴瓶中，加入 3~5 粒高纯锡粒。

6.3.2.4 氯化汞饱和溶液。

6.3.2.5 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.6 二苯胺磺酸钠指示液：5 g/L。

6.3.3 试验步骤

称取约 2.0 g 试样，精确至 0.0002 g，置于锥形瓶中，加水约 20 mL，加盐酸溶液 20 mL，加热至沸，趁热滴加氯化亚锡溶液至溶液黄色消失，再过量 1 滴，快速冷却，加氯化汞饱和溶液 5 mL，摇匀后静置 1 min，然后加水 50 mL，再加入硫-磷混酸 10 mL，二苯胺磺酸钠指示剂 4~5 滴，立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色（30s 不褪）即为终点。

6.3.4 试验数据处理

全铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所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 ——铁（Fe）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{Fe})=55.85]$ ；

m ——试料质量的数值，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为不大于 0.1 %。

6.4 还原性物质（以 Fe 计）含量的测定

6.4.1 原理

在酸性溶液中用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。

6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 硫酸。

6.4.2.2 磷酸。

6.4.2.3 高锰酸钾标准滴定贮备液： $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1\text{mol/L}$ 。

6.4.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.01\text{mol/L}$ 。将高锰酸钾标准滴定贮备液稀释 10 倍，现配现用。

6.4.3 仪器设备

微量滴定管：10 mL，最小分度值为 0.05 mL。

6.4.4 试验步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.001 g，置于锥形瓶中，加水 150 mL，加入 4 mL 硫酸，4 mL 磷酸，摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至微红色且 30 s 不褪色即为终点，同时做空白试验。

6.4.5 试验数据处理

还原性物质含量以铁 (Fe) 的质量分数 w_2 计，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——滴定空白溶液所消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积的数值，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 ——铁 (Fe) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=55.85$)；

m ——试样质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

6.5 盐基度的测定

6.5.1 原理

在试样中加入定量盐酸溶液，以氟化钾掩蔽铁离子，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 盐酸标准溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.1\text{mol/L}$ 。

6.5.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1\text{mol/L}$ 。

6.5.2.3 氟化钾溶液：500 g/L。称取 500 g 氟化钾，加入 200 mL 无二氧化碳的水溶解后，用水稀释至 1 000 mL。加入 2 滴酚酞指示液，并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液呈微红色，滤去不溶物后贮于塑料瓶中。

6.5.2.4 酚酞指示液：10 g/L 乙醇溶液。

6.5.2.5 无二氧化碳的水。

6.5.3 试验步骤

称取约 2.0 g 试样，精确至 0.02 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 20.00 mL 盐酸标准溶液，盖上表面皿，置于电炉上加热至沸腾后立即取下，冷却至室温。加入 20 mL 氟化钾溶液，摇匀。加入 5 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。同时用无二氧化碳的水进行空白试验。

空白试验除不加试样外其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

6.5.4 试验数据处理

盐基度以质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(V_0 - V) \times c \times M \times 10^{-3}}{m \times (w_1 - w_2)} \times 100\% \dots \dots \dots (3)$$

式中：

V_0 ——滴定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 ——滴定试验溶液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 ——试样质量的数值，单位为克（g）；

w_1 ——按 6.3 测得的全铁含量的质量分数；

w_2 ——按 6.4 测得的还原性物质含量的质量分数；

M ——铁（ $1/3\text{Fe}$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M=18.62$]。

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 0.5 %。

6.6 密度（20 °C）的测定

6.6.1 原理

同 GB/T 4472—2011 的 4.3.3.1。

6.6.2 仪器设备

同 GB/T 4472—2011 的 4.3.3.2。

6.6.3 试验步骤

将试样注入清洁、干燥的 250 mL 量筒内，不得有气泡。将量筒置于 20 °C ± 1 °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 2 cm 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分度~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（标有弯月面上缘刻度的密度计除外），即为20℃时试样的密度。

6.7 不溶物含量的测定

6.7.1 试剂或材料

硝酸银溶液：17 g/L。

6.7.2 仪器设备

6.7.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm~15 μm。

6.7.2.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在 105℃~110℃。

6.7.3 试验步骤

称取约 20 g 试样，精确至 0.1 g，置于 500 mL 烧杯中，加 400 mL 热水搅拌均匀。用在 105℃~110℃ 下烘至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水洗涤烧杯搅拌棒至完全转移，并洗涤至滤液中不含氯离子（用硝酸银溶液检查），将玻璃砂坩埚置于 105℃~110℃ 下烘至质量恒定。

6.7.4 试验数据处理

不溶物含量以质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m ——试样质量的数值，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 0.04 %。

6.8 氨态氮（N）的测定

6.8.1 原理

试样加入过量氢氧化钠溶液，采用蒸馏法将氨态氮以氨气状态蒸出，并吸收于过量硫酸溶液中，以甲基红-亚甲基蓝为指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定馏出液中的氨态氮（N）。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 水：无氨的水。

6.8.2.2 氢氧化钠溶液：300 g/L。称取 30 g 氢氧化钠，溶于 100 mL 无氨的水中，摇匀，注入聚乙烯容器中，密闭保存。

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

6.8.2.4 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.8.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

6.8.2.6 pH 广泛试纸。

6.8.3 仪器设备

同 GB/T 23952—2009 的第 7 章和图 2，或适用的定氮蒸馏仪。

6.8.4 试验步骤

6.8.4.1 蒸馏

称取约 5 g 试样，精确至 0.0002 g，置于蒸馏瓶内，加入数粒玻璃珠和约 250 mL 水，与蒸馏装置连接。在吸收瓶中加入 50 mL 硫酸溶液及 4~5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液，确保冷凝管出口在硫酸溶液液面以下至少 2 cm。

将滴液漏斗中的 10 mL 氢氧化钠溶液放入蒸馏瓶中，并用 20 mL~30 mL 水冲洗滴液漏斗，剩 3 mL~5 mL 水时关闭活塞。静置 10 min 后，开通冷却水，同时开启加热装置，沸腾时根据泡沫产生程度调节加热强度，避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少 150 mL 馏出液后，用 pH 广泛试纸检查液滴，如不呈碱性则结束蒸馏。用少量水冲洗冷凝管出口，然后取下吸收瓶。

注：使用定氮蒸馏仪测定时，根据仪器型号选择最佳测试条件。

6.8.4.2 测定

在吸收瓶的馏出液中加入 2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，至馏出液变成灰绿色为终点，并记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积。同时做空白试验。

空白试验除不加试样外，与试样测定采用完全相同的试剂种类和用量，相同的试验步骤进行试验。

6.8.5 试验数据处理

氨态氮含量以氮（N）的质量分数 w_5 计，按公式（5）计算：

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

式中：

V_0 ——滴定空白溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V ——滴定试验溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，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 ——氮（N）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=14.00$ ）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

6.9 砷含量的测定

6.9.1 原理

试样经加酸处理后，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被测溶液中的砷浓度成正比，与标准系列比较定量。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 水：GB/T 6682—2008 中一级水。

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+19。

6.9.2.5 硝酸溶液：1+1。

6.9.2.6 硝酸溶液：1+4。

6.9.2.7 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。

6.9.2.8 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 1000 mL，贮存于聚乙烯瓶中。

6.9.2.9 砷标准贮备液：1 mL 溶液含砷 (As) 0.1 mg。移取 10.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的砷标准溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现配现用。

6.9.2.10 砷标准溶液：1 mL 溶液含砷 (As) 0.2 μg。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。

6.9.3 仪器设备

6.9.3.1 原子荧光光谱仪。

6.9.3.2 砷空心阴极灯。

6.9.4 试验步骤

6.9.4.1 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（6.9.2.6）浸泡24 h，然后用水冲洗干净备用。

6.9.4.2 工作曲线的绘制

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 μg/L、4 μg/L、8 μg/L、12 μg/L、16 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）为横坐标绘制工作曲线并计算回归方程。

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工作曲线线性范围、样品溶液的pH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。

6.9.4.3 样品的测定

称取约1.0 g试样，精确至0.0002 g，置于100 mL烧杯中，加10 mL水、2 mL硝酸溶液（6.9.2.5），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，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6.9.1.4.2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），由工作曲线或回归方程查得或计算出砷的质量浓度。

6.9.5 试验数据处理

砷含量以砷（As）的质量分数 w_6 计，按公式(6)计算：

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

式中：

ρ ——由工作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 ——试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

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，平行测定结果的绝对差值不大于0.00005%。

6.10 铅、镉含量的测定

6.10.1 原理

在酸性介质中加入适量的碘化钾，试验溶液中的 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。

6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1 水：GB/T 6682 中一级水。

6.10.2.2 盐酸：优级纯。

6.10.2.3 硝酸：优级纯。

6.10.2.4 4-甲基-2-戊酮（MIBK）。

6.10.2.5 盐酸溶液：1+1。

6.10.2.6 硝酸溶液：1+1。

6.10.2.7 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。

6.10.2.8 铅标准贮备溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.2.9 镉标准贮备溶液：1 mL 溶液含镉（Cd）0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镉标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.2.10 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 铅(Pb)、0.001 mg 镉(Cd),现用现配。

6.10.3 仪器设备

6.10.3.1 原子吸收光谱仪。

6.10.3.2 铅空心阴极灯。

6.10.3.3 镉空心阴极灯。

6.10.4 试验步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

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6.10.4.2的步骤操作,萃取液作为工作曲线溶液。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的工作曲线溶液中铅的质量浓度或镉的质量浓度为横坐标,绘制工作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
铅(Pb)的浓度, mg/L	0	1.50	3.00	4.50
镉(Cd)的浓度, mg/L	0	0.15	0.30	0.45

6.10.4.2 试验溶液的测定

称取约1 g试样,精确至0.0002 g,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、10.0 mL4-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。

6.10.5 试验数据处理

铅含量以铅(Pb)质量分数 w_7 计,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (7)$$

式中:

ρ ——根据萃取液的吸光度从工作曲线上查得铅的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——萃取液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

镉含量以镉(Cd)质量分数 w_8 计,按公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (8)$$

式中:

ρ ——根据萃取液的吸光度从工作曲线上查得镉的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——萃取液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值铅不大于0.00005%，镉不大于0.00001%。

6.11 汞含量的测定

6.11.1 原理

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。

6.11.2 试剂或材料

6.11.2.1 水：GB/T 6682—2008 中一级水。

6.11.2.2 硝酸：优级纯。

6.11.2.3 盐酸：优级纯。

6.11.2.4 重铬酸钾。

6.11.2.5 硝酸溶液：1+1。

6.11.2.6 硝酸溶液：1+4。

6.11.2.7 盐酸溶液：1+19。

6.11.2.8 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 1000 mL，该溶液现用现配。

6.11.2.9 汞标准贮备溶液：1 mL 溶液含汞（Hg）0.1 mg。用移液管移取 10.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的汞标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现配现用。

6.11.2.10 汞标准溶液I：1 mL 溶液含汞（Hg）5 μg 。移取 5 mL 汞标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

6.11.2.11 汞标准溶液II：1 mL 溶液含汞（Hg）0.05 μg 。移取 1 mL 汞标准溶液I置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

6.11.3 仪器设备

6.11.3.1 原子荧光光谱仪。

6.11.3.2 汞空心阴极灯。

6.11.4 试验步骤

6.11.4.1 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（6.11.2.6）浸泡24 h，然后用水冲洗干净备用。

6.11.4.2 工作曲线的绘制

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 μg/L、1 μg/L、2 μg/L、3 μg/L、4 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）为横坐标绘制工作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工作曲线线性范围、样品溶液的pH等会因仪器的型号不同而有差异，使用者根据仪器型号选择适合的最佳测试条件。

6.11.4.3 样品的测定

称取约0.5 g试样，精确至0.0002 g，置于100 mL烧杯中，加10 mL水、2 mL硝酸溶液（6.11.2.5），盖上表面皿煮沸，待试样全部溶解后保持微沸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6.11.4.2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），由工作曲线或回归方程查得或计算出汞的质量浓度。

6.11.5 试验数据处理

汞含量以汞（Hg）以质量分数 w_9 计，按公式（9）计算：

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

式中：

ρ ——由工作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（μg/L）；

V ——试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）；

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，平行测定结果的绝对差值不大于 0.000005%。

6.12 铬含量的测定

6.12.1 原理

采用石墨炉原子吸收光谱法，在波长429.0 nm处测定铬原子的吸光度，求出铬含量。

6.12.2 试剂或材料

6.12.2.1 水：GB/T 6682 中一级水。

6.12.2.2 盐酸：优级纯。

6.12.2.3 盐酸溶液：1+1。

6.12.2.4 铬标准贮备溶液：1 mL 溶液含铬（Cr）0.1 mg。用移液管移取 10.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的铬标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现配现用。

6.12.2.5 铬标准溶液：1 mL 溶液含铬（Cr）1 μg。移取 10.00 mL 铬标准贮备溶液于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.12.3 仪器设备

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

6.12.3.2 石墨炉原子吸收分光光度计。

6.12.3.3 铬空心阴极灯。

6.12.4 试验步骤

6.12.4.1 称取约 2 g 试样，精确至 0.0002 g，置于 200 mL 烧杯中，加少量水，加入 10.0 mL 盐酸溶液，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。

6.12.4.2 按仪器说明书，把仪器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。

6.12.4.3 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。

6.12.5 试验数据处理

铬含量以铬（Cr）的质量分数 w_{10} 计，按公式（11）计算：

$$w_{10} = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (11)$$

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）；

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，平行测定结果的绝对差值不大于0.00005%。

6.13 锌含量的测定

6.13.1 原理

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。

6.13.2 试剂或材料

6.13.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.13.2.2 锌标准贮备溶液：1 mL 溶液含锌（Zn）0.1 mg。用移液管移取 10.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的锌标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现配现用。

6.13.2.3 锌标准溶液：1 mL 溶液含锌（Zn）10 μg。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。

6.13.3 仪器设备

6.13.3.1 原子吸收光谱仪。

6.13.3.2 锌空心阴极灯。

6.13.4 试验步骤

6.13.4.1 工作曲线的绘制

分别移取0.00 mL（空白）、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL锌标准溶液置于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。此标准系列锌含量为0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L。仪器稳定后，在其最佳工作条件下，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，相对应的锌的质量浓度（mg/L）为横坐标，绘制工作曲线或计算回归方程。

6.13.4.2 测定

移取2.00 mL试验溶液A置于100 mL烧杯中，加20 mL水、1.0 mL硝酸溶液，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50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按6.13.4.1的步骤测定其吸光度。由工作曲线或回归方程查得或计算出试样中锌的质量浓度。

6.13.5 试验数据处理

锌含量以锌（Zn）的质量分数 w_{11} 计，按公式（12）计算：

$$w_{11} = \frac{\rho \times V \times 10^{-6}}{m \times (V_1/V_A)} \times 100\% \dots \dots \dots (12)$$

式中：

ρ ——由工作曲线或回归方程查得或计算出的锌的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——测定时试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

V_1 ——移取试验溶液A的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_A ——试验溶液A的总体积的数值，单位为毫升（mL）。

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0.0005%。

6.14 镍含量的测定

6.14.1 原理

使用火焰原子吸收光谱法，在232 nm波长处以空气-乙炔火焰测定镍原子的吸光度，求出镍含量。

6.14.2 试剂或材料

6.14.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.14.2.2 镍标准溶液：50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。移取 5.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的镍标准贮备溶液于 100mL 容量瓶中，加入 2 mL 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。

6.14.3.2 镍空心阴极灯。

6.14.4 试验步骤

6.14.4.1 工作曲线的绘制

分别移取0.00 mL（空白）、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL镍标准溶液置于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。此标准系列镍含量为0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00mg/L。仪器稳定后，在其最佳工作条件下，于232 nm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，相对应的镍的质量浓度（mg/L）为横坐标，绘制工作曲线或计算回归方程。

6.14.4.2 测定

移取10.00 mL试验溶液A置于100 mL烧杯中，加20 mL水、1.0 mL硝酸溶液，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50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按绘制工作曲线的步骤测定其吸光度。由工作曲线或回归方程查得或计算出试样中镍的质量浓度。

6.14.5 试验数据处理

镍含量以镍（Ni）的质量分数 w_{12} 计，按公式（13）计算：

$$w_{12} = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m \times (V_1/V_A)} \times 100\% \dots \dots \dots (13)$$

式中：

ρ ——由工作曲线或回归方程查得或计算出的镍的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——测定时试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

V_1 ——移取试验溶液A的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_A ——试验溶液A的总体积的数值，单位为毫升（mL）。

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0.0005%。

6.15 总有机碳（TOC）（以C计）的测定

6.15.1 原理

注射样品到燃烧炉高温区，样品中总有机碳在催化剂和氧气氛围中被分解为二氧化碳。产生的二氧化碳通过干燥单元干燥后被输送到是非色散红外检测器检测。使用标准曲线法测定样品中的总碳含量和无机碳含量。总有机碳（TOC）等于总碳（TC）减去无机碳（IC）。

6.15.2 试剂或材料

6.15.2.1 总碳标准溶液：1 mL 溶液含碳（C）1.0 mg。称取在120 °C±2 °C干燥2 h的基准邻苯二甲酸氢钾2.125 g，加无二氧化碳的水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

6.15.2.2 无机碳标准储备溶液：1 mL 溶液含碳（C）1.0 mg。称取在280 °C~290 °C干燥1 h的基准碳酸钠4.41 g，再称取在硅胶干燥器干燥2 h的碳酸氢钠3.50 g，加无二氧化碳的水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

6.15.2.3 无机碳标准使用溶液：1 mL 溶液含碳（C）0.01 mg。用移液管移取1 mL无机碳标准储备溶液，置于100 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

6.15.2.4 无二氧化碳的水。

6.15.3 仪器设备

总有机碳（TOC）分析仪：使用的高纯氧符合GB/T 14599的要求，具非分散红外检测器。

6.15.4 试验步骤

6.15.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 的总碳标准溶液，置于 100 mL 的容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制总碳标准曲线。

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 的无机碳标准使用溶液，置于 100 mL 的容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制无机碳标准曲线。

6.15.4.2 测定

称取约 3 g 试样，精确至 0.01 g，置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。用总有机碳（TOC）分析仪分别测定试样溶液的总碳和无机碳产生的峰面积，分别从总碳标准曲线和无机碳标准曲线上查出试样溶液中总碳和无机碳的质量浓度（mg/L）。

6.15.5 试验数据处理

总有机碳（TOC）（以 C 计）的质量分数 w_7 ，单位以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（A.8）计算：

$$w_7 = \frac{(\rho_{TC} - \rho_{IC}) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ρ_{TC} ——从标准曲线上查出的试样溶液中总碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_{IC} ——从标准曲线上查出的试样溶液中无机碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

0.1——试样溶液的体积，单位为升（L）；

10^{-3} ——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。

7 检验规则

7.1 本文件要求中规定的所有指标项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 每批产品应不超过 40 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

7.4 桶装产品采样时应将采样器深入桶内三分之二处采样，采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀，从中取出约 800 mL，分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶或塑料瓶中，密封。

7.5 贮罐装运的液体产品采样时，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、干燥的玻璃瓶或塑料瓶中，密封。

7.6 在密封的样品瓶上贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、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。

7.7 按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

7.8 检验结果中如果有一项指标不符合本文件要求时，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文件要求时，整批产品为不合格。

8 标签、标志和随行文件

8.1 聚硫氯化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、批号或生产日期、本文件编号和 GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标签及 GB/T 191—2008 表 1 中规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号（或生产日期）、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 每批出厂的聚硫氯化铁都应附有质量检验报告及质量合格证。

9.2 聚硫氯化铁采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净质量 25 Kg、50 Kg 或 200 Kg（或按客户要求进行包装）。采用双层桶盖，内盖扣严，外盖旋紧。用户需要时，聚硫氯化铁也可用贮罐车装运。

9.3 聚硫氯化铁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。

9.4 聚硫氯化铁应贮存在阴凉、通风干燥的库房内。产品贮存期 3 个月。
