

ICS 71.060.50  
CCS G 04

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3811—20XX

HG/T 3811-2006

## 工业溴化物试验方法

Methods of test for bromide for industrial use

(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。

本文件代替HG/T 3811—2006《工业溴化物试验方法》，与HG/T 3811—2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——增加钠、镁、钙、澄清度、高锰酸钾还原性试验、透光率及灼烧减量的测定方法（见4.8～4.10、4.14～4.17）。

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无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG/T 3811—2006。

# 工业溴化物试验方法

## 1 范围

本标准规定了工业溴化物试验方法。

本标准适用于工业溴化物产品。描述了产品的测定技术。在制备试验溶液时，应参考与所分析产品有关的标准对本方法进行必要的修改，使其适合产品的测定。

## 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/T 3049-2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 23769-2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

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

JJG 119-2018 实验室 pH（酸度）计

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 试验方法

**警告：**本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

### 4.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—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、试剂及制品，在没有注明其他要求时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

## 4.2 溴化物含量的测定

### 4.2.1 电位滴定法（仲裁法）

#### 4.2.1.1 方法提要

在硝酸酸性条件下，加入淀粉指示液，以银电极作为指示电极，双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，以硝酸银标准滴定溶液滴定。

#### 4.2.1.2 试剂和溶液

4.2.1.2.1 硝酸溶液：1+4。

4.2.1.2.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.2.1.2.3 淀粉溶液：10g/L（现用现配）。

#### 4.2.1.3 仪器、设备

4.2.1.3.1 银电极：216 型。

4.2.1.3.2 双盐桥饱和甘汞电极：217 型。

4.2.1.3.3 电位计或自动电位滴定仪。

#### 4.2.1.4 试验步骤

称取约0.4 g样品，精确至0.000 2 g，置于250 mL烧杯中，加100 mL水溶解，加10 mL硝酸溶液和10 mL淀粉溶液，以银电极作指示电极，双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，连接好电位计，用硝酸银标准滴定溶液滴定。滴定初期预加入一定量的硝酸银标准滴定溶液，近终点时，以每次0.1 mL的量逐次加入（必要时可适当增加），记录每次加入硝酸银后的总体积及对对应电位值 $E$ ，计算出连续增加的电位值 $\Delta_1 E$ 和 $\Delta_1 E$ 之间的差值 $\Delta_2 E$ 。 $\Delta_1 E$ 的最大值即为滴定终点，终点后再继续记录一个电位值 $E$ 。

数据记录格式及滴定终点时所消耗硝酸银标准滴定溶液体积（ $V$ ）的计算见附录A。

注：也可用以银电极作指示电极，双盐桥饱和甘汞电极作参比电极的自动电位滴定仪直接进行测定。

#### 4.2.1.5 试验数据处理

溴化物含量以质量分数 $w_1$ 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% - Kw_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V$ ——测定时消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——样品质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——溴化物摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）；

$K$ ——氯化物换算成溴化物的系数；

$w_2$ ——氯化物含量的质量分数。

## 4.2.2 沉淀滴定法

### 4.2.2.1 方法提要

在弱酸性条件下，以曙红钠盐为吸附指示剂，用硝酸银标准滴定溶液滴定至乳浊液呈红色。

### 4.2.2.2 试剂和溶液

4.2.2.2.1 乙酸溶液：1+19。

4.2.2.2.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$  或  $0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.2.3 曙红钠盐指示液：5 g/L。

### 4.2.2.3 试验步骤

称取约 0.4 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 锥形瓶中，加 100 mL 水溶解，加 10 mL 乙酸溶液及 3 滴曙红钠盐指示液。用硝酸银标准滴定溶液避光滴定至乳浊液颜色呈红色。

### 4.2.2.4 试验数据处理

溴化物含量以质量分数  $w_1$  计，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% - Kw_2 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$V$ ——测定中消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——硝酸银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）；

$M$ ——溴化物摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）；

$K$ ——氯化物换算成溴化物的系数；

$w_2$ ——氯化物的质量分数。

## 4.3 氯化物含量的测定

警告：样品前处理过程中有溴产生，溴具有强腐蚀性和毒性，此步骤应在通风良好的通风橱内进行操作。

### 4.3.1 电位滴定法（仲裁法）

#### 4.3.1.1 方法提要

用硝酸将溴离子氧化为溴，并加热蒸出。在硝酸酸性条件下，加淀粉指示液，以银电极作为指示电

极，双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，用硝酸银标准滴定溶液滴定。

#### 4.3.1.2 试剂和溶液

4.3.1.2.1 硝酸溶液：2+3。

4.3.1.2.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)$  约 0.05 mol/L 或约 0.02 mol/L。

4.3.1.2.3 淀粉溶液：10 g/L。

#### 4.3.1.3 仪器、设备

4.3.1.3.1 银电极：216 型（使用前进行硫化处理）。

4.3.1.3.2 双盐桥饱和甘汞电极：217 型。

4.3.1.3.3 电位计或自动电位滴定仪

#### 4.3.1.4 试验步骤

称取约 4 g 样品，精确至 0.01 g，置于 250 mL 烧杯中。加入 50 mL 硝酸溶液，于通风橱内在水浴上（约 80 °C）加热至溶液黄色消失。用少量水冲洗杯壁，继续加热 15min。冷却，加水至约 50 mL。加 10 mL 淀粉指示液，以银电极作指示电极，双盐桥饱和甘汞电极作参比电极，用硝酸银标准滴定溶液滴定。滴定初期预加入一定量的硝酸银标准滴定溶液，至近终点时，再按 0.1mL 的量逐次加入（必要时可适当增加），记录每次加入硝酸银后的总体积及相应的电位值  $E$ ，计算出连续增加的电位值  $\Delta_1 E$  和  $\Delta_1 E$  之间的差值  $\Delta_2 E$ 。 $\Delta_1 E$  的最大值即为滴定终点，终点后再继续记录一个电位值  $E$ 。

数据记录格式及滴定终点时所消耗的标准滴定溶液的体积（ $V$ ）的计算见附录 A。

注：也可用以银电极作指示电极，双盐桥饱和甘汞电极作参比电极的自动电位滴定仪直接进行测定。

#### 4.3.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数  $w_2$  计，按公式（3）计算：

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

式中：

$V$ ——测定中消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——氯（Cl）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）。（ $M=35.45$ ）。

### 4.3.2 银量滴定法

#### 4.3.2.1 方法提要

氯化物与定量的硝酸银标准溶液进行反应，以硫酸铁铵为指示剂，用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定过量的硝酸银，从而计算出氯化物的含量。

### 4.3.2.2 试剂和溶液

#### 4.3.2.2.1 硝基苯。

#### 4.3.2.2.2 硝酸溶液：1+3。

#### 4.3.2.2.3 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 或 $0.1 \text{ mol/L}$ 。

#### 4.3.2.2.4 硫氰酸钾标准滴定溶液： $c(\text{KCNS}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 或 $0.1 \text{ mol/L}$ 。

#### 4.3.2.2.5 硫酸铁铵指示剂：80 g/L。

### 4.3.2.3 试验步骤

称取约 4 g 样品，精确至 0.01 g。置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 硝酸溶液，于通风橱内在水浴上（约 80℃）加热至溶液黄色消失。用少量水冲洗杯壁，继续加热 15 min。冷却，加 10.00 mL 硝酸银标准滴定溶液及 5 滴硝基苯，振摇 1 min，加 1 mL 硫酸铁铵指示液，用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈红色即为终点。

### 4.3.2.4 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数  $w_2$  计，按公式（4）计算：

$$w_2 = \frac{(10 \times c_1 - Vc_2) M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$V$ ——测定中消耗的硫氰酸钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c_1$ ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$c_2$ ——硫氰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——氯（Cl）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=35.45$ ）。

### 4.3.3 目视比浊法

#### 4.3.3.1 方法提要

在硝酸介质中，用过氧化氢将溴离子氧化为溴，并加热蒸出。在酸性条件下试样中的氯离子与硝酸银生成白色悬浊液，用目视比浊法确定测定。

### 4.3.3.2 试剂和溶液

#### 4.3.3.2.1 过氧化氢溶液：1+1。

#### 4.3.3.2.2 硝酸溶液：1+2。

#### 4.3.3.2.3 硝酸银溶液：17 g/L。

4.3.3.2.4 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.10 mg。移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 4.3.3.3 试验步骤

称取  $0.50 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$  样品，置于 125 mL 锥形瓶中，加 15 mL 硝酸溶液溶解。加入 6 mL 过氧化氢溶液并在水浴上加热，水温度控制在约  $80^\circ\text{C}$ ，直到溶液成为无色为止。

用水冲洗瓶壁，再在水浴上加热 15 min，冷却。全部转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 溶液置于 50 mL 比色管中，用水稀释至约 25 mL，加 1 mL 硝酸和 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至 50 mL，混匀。溶液中产生的浊度应不超过氯化物标准比浊溶液中产生的浊度。

氯化物标准比浊溶液制备：按产品标准中规定的氯化物含量，用移液管移取规定量的氯化物标准溶液，置于 125 mL 锥形瓶中，与试验溶液同时同样处理。

### 4.4 硫酸盐含量的测定

#### 4.4.1 方法提要

在酸性条件下，加入氯化钡与硫酸根形成沉淀，通过目视比浊法测定。

#### 4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 无水乙醇。

4.4.2.2 盐酸溶液：1+3。

4.4.2.3 氯化亚锡溶液：400 g/L。

4.4.2.4 二水氯化钡溶液：100 g/L。

4.4.2.5 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含有硫酸盐（ $\text{SO}_4$ ）0.10 mg。移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 4.4.3 试验步骤

称取  $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$  样品，置于 50 mL 比色管中，加入 1 mL 盐酸溶液，滴加氯化亚锡溶液至溶液无色，加 10 mL 水，摇匀。加 5 mL 无水乙醇，在不断摇动下，滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液制备：按产品标准中规定的硫酸盐含量，用移液管移取规定量的硫酸盐标准溶液，置于 50 mL 比色管中，加水至 10 mL，与试验溶液同时同样处理。

### 4.5 溴酸盐含量的测定

#### 4.5.1 方法提要

在酸性条件下，溴酸盐将碘化钾氧化成碘，用目视比色法测定。

#### 4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 碘化钾溶液：20 g/L。



#### 4.5.2.2 硫酸溶液：1+9.

4.5.2.3 溴酸盐标准溶液：1mL 溶液含溴酸盐（ $\text{BrO}_3$ ）0.10 mg。移取 10.00mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的溴酸盐标准溶液，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 4.5.3 试验步骤

称取  $2.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$  样品，置于 50 mL 比色管中，加水至 20 mL，溶解。加入 4 mL 硫酸溶液，加 1 mL 碘化钾溶液，摇匀，放置 10 min。试验溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备：按产品标准中规定的溴酸盐含量，用移液管移取规定量的溴酸盐标准溶液，与试料同时同样处理。

### 4.6 碘化物含量的测定

#### 4.6.1 方法提要

在酸性介质中试样中碘离子用亚硝酸盐将其氧化为游离碘，游离碘可用有机试剂萃取并显色，用目视比色法测定。

#### 4.6.2 试剂和溶液

4.6.2.1 三氯甲烷。

4.6.2.2 硫酸溶液：1+9。

4.6.2.3 亚硝酸铵溶液：10 g/L。

4.6.2.4 碘化物标准溶液：1 mL 溶液含碘（I）0.10 mg。移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的碘化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 4.6.3 试验步骤

称取  $1.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$  样品。置于 25 mL 比色管中，加约 18 mL 水溶解，加 2 mL 硫酸溶液、0.2mL 亚硝酸铵溶液和 5 mL 三氯甲烷，用力摇动。样品在三氯甲烷层中产生的颜色应不超过标准比色溶液所产生的颜色。

标准比色溶液的制备：按产品标准中规定的碘化物含量，用移液管移取规定量的碘化物标准溶液，置于 25mL 比色管中，加水至约 18 mL，与试验溶液同时同样处理。

### 4.7 铁含量的测定

警告：试验溶液制备过程中有溴和硫酸酸雾产生，其具有强腐蚀性和毒性，此步骤应在通风良好的通风橱内进行操作。

#### 4.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

#### 4.7.2 试剂和溶液

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

#### 4.7.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

#### 4.7.4 试验步骤

##### 4.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条规定，选用厚度 2 cm 吸收池及对应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

##### 4.7.4.2 试验溶液制备

称取约 2 g 样品，精确至 0.01 g。置于蒸发皿中，加 2 mL 硫酸溶液（1+1），缓慢加热至硫酸蒸汽逸尽，冷却，转移到 100 mL 容量瓶中，用水稀释溶液体积约 60 mL。

##### 4.7.4.3 空白试验溶液制备

除不加试样外，其他操作同 4.7.4.2 条试验溶液制备。

##### 4.7.4.4 试验

取试验溶液和空白试验溶液，以下操作按 GB/T 3049—2006 第 6.3.2 条从“用盐酸溶液（4.1）调至 pH 为 2”开始，选用 2 cm 吸收池进行测定。

##### 4.7.4.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数  $w_3$  计，按公式（5）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_1$ ——根据试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量的数值，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$m_0$ ——根据空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量的数值，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

#### 4.8 钠含量测定

##### 4.8.1 方法提要

用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计 589.0 nm 波长处，测定吸光度，用标准曲线法测定样品中钠含量。

##### 4.8.2 试剂和溶液

###### 4.8.2.1 盐酸溶液：1+1。

4.8.2.2 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠(Na) 0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的钠标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.8.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 二级水规格。

#### 4.8.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计：配有钠空心阴极灯。

#### 4.8.4 分析步骤

##### 4.8.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.2 g~0.5 g 样品，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水溶解，加 2 mL 盐酸溶液，全部转移至 100 mL ( $V_1$ ) 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 4.8.4.2 试验

在 4 个 100 mL 容量瓶中，用移液管分别加 0.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、12.00 mL 钠标准溶液，再各加 10 mL ( $V_2$ ) 试验溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，以空白溶液调零，于波长 589.0 nm 处，测定溶液的吸光度。以钠的质量 (mg) 为横坐标，对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 ( $\rho$ ) 即为钠的质量浓度。

##### 4.8.4.3 试验数据处理

钠含量以钠 (Na) 的质量分数  $w_4$  计，按公式 (6) 计算：

$$w_4 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m \times V_2 / V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$\rho$ ——从曲线上查出的试验溶液中钠质量浓度的数值，单位为毫克 (mg/mL)；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克 (g)；

$V_1$ ——配制试验溶液 (见 4.8.4.1) 体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_2$ ——移取试验溶液 (见 4.8.4.2) 体积的数值，单位为毫升 (mL)。

#### 4.9 镁含量测定

##### 4.9.1 方法提要

用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计 285.2 nm 波长处，测定吸光度，用标准曲线法测定样品中镁含量。

##### 4.9.2 试剂和溶液

4.9.2.1 盐酸溶液：1+1。

4.9.2.2 镁标准溶液：1 mL 溶液含钠（Mg）0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的镁标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.9.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 二级水规格。

#### 4.9.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计：配有镁空心阴极灯。

#### 4.9.4 试验步骤

##### 4.9.4.1 试验溶液的制备

称取约 3 g~5 g 样品，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水溶解，加 2 mL 盐酸溶液，全部转移至 100 mL（ $V_1$ ）容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 4.9.4.2 试验

在 4 个 100 mL 容量瓶中，用移液管分别加 0.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、12.00 mL 镁标准溶液，再各加 10 mL（ $V_2$ ）试验溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，以空白溶液调零，于波长 285.2 nm 处，测定溶液的吸光度。以镁的质量（mg）为横坐标，对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（ $\rho$ ）即为钠的质量浓度。

##### 4.9.4.3 试验数据处理

镁含量以镁（Mg）的质量分数  $w_5$  计，按公式（7）计算：

$$w_5 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m \times V_2 / V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$\rho$ ——从曲线上查出的试验溶液中镁质量浓度的数值，单位为毫克（mg/mL）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

$V_1$ ——配制试验溶液（见 4.9.4.1）体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_2$ ——移取试验溶液（见 4.9.4.2）体积的数值，单位为毫升（mL）。

#### 4.10 钙含量测定

##### 4.10.1 原子吸收分光光度法（仲裁法）

###### 4.10.1.1 方法提要

用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计 422.7 nm 波长处，测定吸光度，用标准曲线法测定样品中镁含量。

###### 4.10.1.2 试剂和溶液

###### 4.10.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

4.10.1.2.2 钙标准溶液：1 mL 溶液含钠（Ca）0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的镁标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.10.1.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 二级水规格。

#### 4.10.1.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计：配有钙空心阴极灯。

#### 4.10.1.4 试验步骤

##### 4.10.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g~2 g 样品，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水溶解，加 2 mL 盐酸溶液，全部转移至 100 mL（ $V_1$ ）容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 4.10.1.4.2 试验

在 4 个 100 mL 容量瓶中，用移液管分别加 0.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、12.00 mL 镁标准溶液，再各加 10 mL（ $V_2$ ）试验溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，以空白溶液调零，于波长 422.7 nm 处，测定溶液的吸光度。以钙的质量（mg）为横坐标，对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（ $\rho$ ）即为钙的质量浓度。

##### 4.10.1.5 试验数据处理

钙含量以钙（Ca）的质量分数  $w_6$  计，按公式（8）计算：

$$w_6 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m \times V_2 / V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$\rho$ ——从曲线上查出的试验溶液中钙质量浓度的数值，单位为毫克（mg/mL）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

$V_1$ ——配制试验溶液（见 4.10.1.4.1）体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_2$ ——移取试验溶液（见 4.10.1.4.2）体积的数值，单位为毫升（mL）。

#### 4.10.2 钙试剂萃取比色法

##### 4.10.2.1 方法提要

在碱性条件下，在试验溶液中加入钙试剂，用三氯甲烷萃取，根据溶液颜色确定钙含量。

##### 4.10.2.2 试剂和溶液

4.10.2.2.1 乙醇（95 %）。

4.10.2.2.2 三氯甲烷。

4.11 混合碱：在 400 mL 烧杯中加入 200 mL 氢氧化钠溶液（100g/L）和 100mL 无水碳酸钠溶液（100 g/L），混匀。

4.11.1.1.1 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液：2 g/L。称取约 0.2 g 乙二醛缩双邻氨基酚（钙试剂）溶于乙醇（95 %），并稀释至 100 mL，混匀。

#### 4.11.1.2 试验步骤

称取 1 g 样品，精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中，加水溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL，置于 50 mL 比色管中，加 10 mL 乙醇（95 %）、0.5 mL 混合碱及 1 mL 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液，摇匀，放置 5 min。加 5 mL 三氯甲烷，萃取（温度不超过 30 °C），立即比色。有机层所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是按照产品标准的指标参数移取相应量的钙标准溶液。

### 4.12 水分的测定

#### 4.12.1 方法提要

在一定的温度下，将样品加热烘干，测定样品减少的质量。

#### 4.12.2 仪器、设备

4.12.2.1 称量瓶：矮型带盖。

4.12.2.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在（105±2）°C。

#### 4.12.3 试验步骤

称取约 5 g 样品，精确至 0.001 g。置于已预先在（105±2）°C 下干燥至质量恒定的称量瓶中。打开瓶盖，在温度为（105±2）°C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定，取出后于干燥器中冷却至室温并称量。

#### 4.12.4 试验数据处理

水分以质量分数  $w_7$  计，按公式（9）计算：

$$w_7 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后样品的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——样品质量的数值，单位为克（g）。

### 4.13 重金属含量的测定

#### 4.13.1 方法提要

在酸性条件下，硫化物与重金属离子生成有色硫化物。与标准比色溶液进行限量比较。

#### 4.13.2 试剂和溶液

4.13.2.1 乙酸溶液：1+2。

4.13.2.2 饱和硫化氢水（使用前制备）。

4.13.2.3 铅标准溶液：1 mL 溶液含有铅（Pb）0.01 mg。移取 1.00mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 4.13.3 试验步骤

称取  $6.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  样品，置于 50 mL 比色管中，加 20 mL 水溶解。加 0.2 mL 乙酸溶液。加入 10 mL 硫化氢水溶液，用水稀释至 50 mL，混匀，放置 10 min。溶液所产生的颜色应不深标准溶液。

标准比浊溶液的制备：按产品标准中规定的铅含量，用移液管移取规定量的铅标准溶液，置于 50 mL 比色管中，加 1.0 g 样品和 20 mL 水，与试验溶液同时同样处理。

#### 4.14 pH 的测定

##### 4.14.1 方法提要

将测量电极、参比电极或复合电极浸入被测溶液中，构成一原电池，其电动势与 pH 有关，通过测量原电池电动势，可得到溶液的 pH 数值。

##### 4.14.2 仪器、设备

pH 计：符合 JJG119-2018 的表 1 中 0.01 级的要求，并配有玻璃电极、甘汞电极或复合电极。

##### 4.14.3 试验步骤

称取  $10.0\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  样品，置于 150 mL 烧杯中，加无二氧化碳的水至约 100 mL（液体样品直接取 100 mL 样品），按 GB/T 23769-2009 的第 8 章进行测定。

#### 4.15 澄清度试验

称取  $20.0\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  样品，置于 100 mL 烧杯中，加适量水溶解，全部转移至 100 mL 比色管中，用水稀释至刻度，摇匀。

澄清度标准溶液的制备：按 HGT 3484-1999 中 4.2 的 4 号澄清度标准与试验溶液同时同样处理。

#### 4.16 高锰酸钾还原性试验

称取约 10 g 样品，精确至 0.01 g。置于 50 mL 比色管中，加适量水振荡溶解，用水稀释 50 mL 刻度，加 1 滴高锰酸钾溶液[ $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1\text{ mol/L}$ ]，盖好塞子。在 20℃ 以下避光放置 30 min，溶液粉红色不褪尽为合格。

#### 4.17 透光率

##### 4.17.1 方法提要

称取规定量样品，加水溶解，在 410 nm 波长下测定透光率。

##### 4.17.2 仪器、设备

分光光度计：配有 1cm 比色池。

##### 4.17.3 试验步骤

称取约20 g±0.01 g样品。置于150 mL烧杯中，用量筒加入100.0mL水，溶解。在410 nm下选用1 cm比色皿以水为参比测定试验溶液的透光率。

#### 4.18 灼烧残渣

##### 4.18.1 方法提要

将样品低温加热挥发、炭化，高温灼烧，使溴化铵与其中的杂质完全分离，称量得出灼烧残渣含量。

##### 4.18.2 仪器、设备

高温炉：温度能控制在650 °C±50 °C。

##### 4.18.3 试验步骤

称取约10.0 g±0.01 g样品。置于在650 °C±50 °C灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，在电炉上缓缓加热，直至样品完全挥发或炭化。冷却，用0.5 mL硫酸润湿残渣，继续加热至硫酸酸雾逸尽，将瓷坩埚置于高温炉中，在650 °C±50 °C灼烧至质量恒定。

##### 4.18.4 试验数据处理

水分以质量分数  $w_8$  计，按公式（10）计算：

$$w_8 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

式中：

$m_1$ ——瓷坩埚和残渣的质量的数值，单位为克（g）；

$m_0$ ——瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）。



## 附录 A

## 电位滴定终点的确定方法及数据记录示例

## A1 滴定终点时所消耗的标准滴定溶液体积的计算：

滴定终点时所消耗的标准滴定溶液体积（ $V$ ）按式（1）计算：

$$V = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B} \cdots \cdots (1)$$

式中：

$V_0$ ——电位增量值  $\Delta_1 E$  达到最大值前所加入标准滴定溶液的体积，mL；

$V_1$ ——电位增量值  $\Delta_1 E$  达到最大值前最后一次所加入标准滴定溶液的体积，mL；

$B$ —— $\Delta_2 E$  最后一次正值；

$B$ —— $\Delta_2 E$  最后一次正值和第一次负值的绝对值之和。

## A2 电位滴定数据记录格式

电位滴定数据记录格式示例如表 1

表 1

标准滴定溶液的体 $V$ mL	电位值 $E$ mV	$\Delta_1 E$ mV	$\Delta_2 E$ mV
4.80	176		
		35	
4.90	211		+37
		72	
5.00	283		-49
		23	
5.10	306		-10
		13	
5.20	319		-2
		11	
5.30	330		
注：第一、第二列分别记录所加入的标准滴定溶液的总容积和对应的电位值 $E$ 。第三列记录连续增加的电位值 $\Delta_1 E$ ，第四列记录增加的电位值 $\Delta_1 E$ 之间的差值 $\Delta_2 E$ ，此差值有正负。			

示例： $V = 4.90 + 0.10 \times \frac{37}{37 + 49} = 4.94$