

ICS 71.060.50  
CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

## 工业硫酸铝铁

Manganese fluoride 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。

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：、蓝保（厦门）水处理科技有限公司、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：

# 工业硫酸铝铁

警告：按 GB 12268—2012 第 8 章的规定，本产品属于第 8 类腐蚀性物质。本文件所使用的强酸、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。本文件所使用的 4-甲基-2-戊酮具有刺激性，应在通风橱进行操作。本试验方法中使用高压氩气钢瓶，应按高压钢瓶安全操作规定操作。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。  
本文件适用于工业硫酸铝铁。

## 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 191—2025 包装储运图形符号标志

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 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

GB/T 23769 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、试剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备 5

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第 3 部分：试剂及制品的制备

## 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： $\text{Al}_2\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_6$

## 5 要求

- 5.1 外观：黄褐色至黑褐色透明液体。
- 5.2 工业硫酸铝铁按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标
铝铁含量（以 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 计） w/%	≥ 6.5
总铁（Fe） w/%	≥ 0.5
二价铁（以 Fe 计） w/%	≤ 0.2 <sup>a</sup>
密度（20℃） /（g/cm <sup>3</sup> ）	≥ 1.200
不溶物 w/%	≤ 0.3 <sup>a</sup>
砷（As） w/%	≤ 0.002 <sup>a</sup>
铅（Pb） w/%	≤ 0.002 <sup>a</sup>
镉（Cd） w/%	≤ 0.0002 <sup>a</sup>
汞（Hg） w/%	≤ 0.00002 <sup>a</sup>
铬（Cr） w/%	≤ 0.01 <sup>a</sup>
锌（Zn） w/%	≤ 0.05 <sup>a</sup>
镍（Ni） w/%	≤ 0.005 <sup>a</sup>
总有机碳（TOC）（以 C 计） /（mg/kg）	≤ 500 <sup>a</sup>

<sup>a</sup> 不溶物、亚铁（以 Fe 计）、砷（As）、铅（Pb）、镉（Cd）、汞（Hg）、铬（Cr）、锌（Zn）、镍（Ni）、总有机碳（TOC）的指标值均为铝铁含量等于 6.5% 时的要求，当铝铁含量 > 6.5% 时，指标值应按铝铁含量实际数值进行折算，计算公式为  $w_i = w_i \times \frac{w_{Fe}}{6.5\%}$ ，式中： $w_i$  为折算前指标值； $w_{Fe}$  为测得全铁质量分数。

## 6 试验方法

### 6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 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。

### 6.2 外观检验

在自然光下，将试样置于烧杯中，在白色背景下用目视法判定外观。

### 6.3 铝铁含量的测定

#### 6.3.1 氯化锌标准溶液滴定法（仲裁法）

##### 6.3.1.1 原理

用硝酸溶液将试验溶液酸化，在 pH=3 时加过量的乙二胺四乙酸二钠溶液（EDTA）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。

##### 6.3.1.2 试剂或材料

6.3.1.2.1 硝酸溶液：1+12。

6.3.1.2.2 氨水溶液：1+1。

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

6.3.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 ( $\text{pH}=5.5$ )：称取乙酸钠（三水）272g 溶于水中，加冰乙酸 19 mL，稀释至 1000 mL。

6.3.1.2.5 氧化铝标准溶液：称取 0.529 g 高纯金属铝 ( $\geq 99.99\%$ )，精确至 0.0002 g。置于 200 mL 聚乙烯杯中，加水 20 mL，加氢氧化钠约 3 g，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 10 mL，使其透明，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。氧化铝标准溶液的质量浓度  $\rho(\text{Al}_2\text{O}_3)$ ，数值以克每毫升 ( $\text{g/mL}$ ) 表示，按公式 (1) 计算：

$$\rho = \frac{m}{V} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$m$ ——称取高纯金属铝质量的数值，单位为克 (g)；

$V$ ——氧化铝标准溶液定容体积的数值，单位为毫升 (mL)。

6.3.1.2.6 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ ：

a) 配制：称取 3.5g 氯化锌 ( $\text{ZnCl}_2$ )，溶于盐酸溶液 (0.05% (V/V)) 中，稀释至 1L，摇匀。

b) 标定：移取 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，以下按 5.3.1.3 中“加 10mL 硝酸溶液，……”进行操作，读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 ( $V_0$ )。再移取 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液和 40.00 mL 氧化铝标准溶液 ( $V_1$ )，置于 250 mL 锥形瓶中，以下按 5.3.1.3 中“加 10mL 硝酸溶液，……”进行操作，读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 ( $V$ )。

c) 试验数据处理：氯化锌标准滴定溶液浓度  $c(\text{ZnCl}_2)$ ，数值以摩尔每升 ( $\text{mol/L}$ ) 表示，按公式 (2) 计算：

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

式中：

$V_1$ ——氧化铝标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

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

$V_0$ ——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 ( $\text{g/mol}$ ) ( $M=101.96$ )。

6.3.1.2.7 百里酚蓝溶液：1g/L 乙醇溶液。

6.3.1.2.8 二甲酚橙指示液：5g/L。

### 6.3.1.3 试验步骤

称取约 5g~6g 试样，精确至 0.0002 g，置于烧杯中，用少量水稀释并完全移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，此为试验溶液 A。试验溶液 A 用于铝铁含量、总铁和二价铁的试验。

移取 10 mL 试验溶液 A，置于 250 mL 锥形瓶中，加 10 mL 硝酸溶液，煮沸 1min。冷却至室温后加 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液，加百里酚蓝溶液 3~4 滴，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，加水 50 mL，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。

#### 6.3.1.4 试验数据处理

铝铁含量以氧化铝（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）的质量分数  $w_1$  计，按公式（3）计算：

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

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 0.1%。

### 6.3.2 硫酸铜标准溶液滴定法

#### 6.3.2.1 原理

在pH为4.3时，乙二胺四乙酸二钠（EDTA）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乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液，计算出氧化铝（含铝、铁）含量。

#### 6.3.2.2 试剂或材料

6.3.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.3.2.2.2 氨水溶液：1+1。

6.3.2.2.3 缓冲溶液（pH≈4.3）：将 42.3 g 无水乙酸钠溶于水，加 80 mL 冰乙酸，用水稀释至 1L，摇匀。

6.3.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠溶液： $c$ （EDTA）≈0.05 mol/L。

6.3.2.2.5 氧化铝标准溶液：同 5.3.1.2.5。

6.3.2.2.6 硫酸铜标准滴定溶液： $c$ （ $\text{CuSO}_4$ ）≈0.025mol/L：

a) 配制：称取 6.3g 硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水，加 2 滴硫酸溶液（1+1），用水稀释至 1L，摇匀。

b) 标定：移取 20 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，以下按 5.3.2.3“加盐酸溶液 2mL，……”进行操作，读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量  $V_0$ 。移取 20 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液和 20 mL 氧化铝标准溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，以下按 5.3.2.3“加盐酸溶液 2mL，……”进行操作，读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量  $V$ ，mL。

c) 试验数据处理：硫酸铜标准滴定溶液浓度  $c$ （ $\text{CuSO}_4$ ），数值以摩尔每升（mol/L）表示，按公式（4）计算：

$$c(\text{CuSO}_4) = \frac{V_1 \rho_1 \times 10^3}{(V_0 - V)M/2} \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$V_1$ ——氧化铝标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$\rho_1$ ——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）（ $M=101.96$ ）。

6.3.2.2.7 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）指示液：将 0.3g 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）溶于 100 mL 95%乙醇中。

6.3.2.2.8 甲基橙指示液：1g/L。

### 6.3.2.3 试验步骤

移取 10 mL 试验溶液 A（5.3.1.3），置于 250mL 锥形瓶中，加盐酸溶液 2 mL，煮沸 1 min。加 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液，加水至约 100 mL。滴加甲基橙指示剂 2 滴，用氨水溶液将试液颜色调至红色突变为黄色，再加 1 滴盐酸溶液。加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，煮沸 2 min，加 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚（PAN）指示液 4 滴~5 滴，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。

### 6.3.2.4 试验数据处理

铝铁含量含量以氧化铝（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）的质量分数 $w_1$ 计，按公式（5）计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM \times 10^{-3}/2}{mV_1/V_A} \times 100\% \dots\dots\dots(5)$$

式中：

$V_0$ ——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）；

$V$ ——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）；

$V_1$ ——移取试验溶液A（5.3.1.3）的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_A$ ——试验溶液A（5.3.1.3）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0.1%。

## 6.4 总铁含量和二价铁含量的测定

### 6.4.1 原理

在pH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标准滴定溶液直接络合滴定三价铁。向溶液中加入过硫酸铵，在温度为70℃的溶液中用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液继续滴定，测得二价铁。总铁即为二价铁与三价铁的合量。

### 6.4.2 试剂或材料

- 6.4.2.1 盐酸溶液：1+1。
- 6.4.2.2 氨水溶液：1+1。
- 6.4.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。
- 6.4.2.4 磺基水杨酸钠指示液：100 g/L。
- 6.4.2.5 过硫酸铵溶液：10 g/L，此溶液现用现配。

#### 6.4.3 试验步骤

移取20 mL试验溶液A（5.3.1.3），用氨水溶液或盐酸溶液调节pH至1.5~2.0（使用精密pH试纸检查），将溶液加热至70°C，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体积（ $V_1$ ），加入2 mL过硫酸铵溶液，将溶液再加热至70 °C，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溶液的总体积（ $V_2$ ）。

#### 6.4.4 试验数据处理

总铁含量以铁（Fe）的质量分数 $w_2$ 计，按公式（6）计算：

$$w_2 = \frac{V_2 c M \times 10^{-3}}{m \times V / V_A} \times 100\% \dots \dots \dots (6)$$

二价铁含量以铁（Fe）的质量分数 $w_3$ 计，按公式（7）计算：

$$w_3 = \frac{(V_2 - V_1) c M \times 10^{-3}}{m \times V / V_A} \times 100\% \dots \dots \dots (7)$$

式中：

$V_1$ ——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，单位为毫升（mL）；

$V_2$ ——试样消耗的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）；

$V$ ——移取试验溶液A（5.3.1.3）的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_A$ ——试验溶液A（5.3.1.3）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0.05 %。

#### 6.5 密度的测定

取适量液体试样，按GB/T 4472—2011中4.3.3规定的密度计法进行测定。

#### 6.6 不溶物含量的测定

##### 6.6.1 原理

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。

##### 6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 稀释液：pH为2.0~2.5。取1L水，加入约22 mL 0.5mol/L 盐酸溶液，边加边搅拌，调节pH至2.0~2.5（用酸度计测量）。

6.6.2.2 硝酸银溶液：17g/L。

### 6.6.3 仪器设备

6.6.3.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.3.2 玻璃砂坩埚：孔径  $5\text{ }\mu\text{m}\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

### 6.6.4 试验步骤

称取约  $10\text{ g}$  试样，精确至  $0.001\text{ g}$ ，置于  $1000\text{ mL}$  烧杯中，加入  $500\text{ mL}$  稀释液充分搅拌。用已于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用稀释液洗涤 1 次后（约  $10\text{ mL}$ ），用水洗涤至无氯离子（用硝酸银溶液检验）。将玻璃砂坩埚和不溶物置于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

### 6.6.5 试验数据处理

不溶物含量以质量分数  $w_4$  计，按公式（8）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots(8)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后玻璃砂坩埚和不溶物质量的数值，单位为克（g）；

$m_0$ ——干燥后玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——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  $0.03\%$ 。

## 6.7 砷含量的测定

### 6.7.1 原理

试样经加酸处理后，加入硫脲使五价砷还原为三价砷，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。

### 6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 盐酸。

6.7.2.2 硝酸。

6.7.2.3 盐酸溶液：1+19。

6.7.2.4 硝酸溶液：1+1。

6.7.2.5 硝酸溶液：1+4。

6.7.2.6 硫脲-抗坏血酸溶液：称取  $12.5\text{ g}$  硫脲和  $12.5\text{ g}$  抗坏血酸于烧杯中，用水溶解并稀释至  $250\text{ mL}$ ，摇匀。该溶液含有硫脲  $50\text{ g/L}$ ，抗坏血酸  $50\text{ g/L}$ 。

6.7.2.7 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取  $5.0\text{ g}$  氢氧化钠和  $20.0\text{ g}$  硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至  $1000\text{ mL}$ ，贮存于聚乙烯瓶中。

6.7.2.8 砷标准贮备液： $0.1\text{ mg/mL}$ 。

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

### 6.7.3 仪器设备

6.7.3.1 原子荧光光度计。

6.7.3.2 砷空心阴极灯。

#### 6.7.4 试验步骤

##### 6.7.4.1 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24h, 然后用水冲洗干净备用。

##### 6.7.4.2 标准曲线的绘制

分别取 0.00mL (空白)、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL 砷标准溶液于五个 100mL 容量瓶中, 分别加入 5.0mL 盐酸, 10mL 硫脲-抗坏血酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 30min。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0 $\mu$ g/L、4 $\mu$ g/L、8 $\mu$ g/L、12 $\mu$ g/L、16 $\mu$ 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, 相对应的砷的质量浓度 ( $\mu$ g/L) 为横坐标绘制标准曲线并计算回归方程。

因使用原子荧光光谱仪时, 可根据仪器型号选择最佳测试条件。

##### 6.7.4.3 样品的测定

称取约 1.0g 试样, 精确至 0.0002 g, 置于 100mL 烧杯中, 加 10mL 水、2mL 硝酸溶液(1+1), 盖上表面皿煮沸约 1min, 冷却至室温后转移至 100mL 容量瓶中, 分别加入 5.0mL 盐酸, 10mL 硫脲-抗坏血酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 30min。按 6.7.4.2.2 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), 由标准曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度 ( $\mu$ g/L)。

#### 6.7.5 试验数据处理

砷含量以砷的质量分数 $w_5$ 计, 按公式(9)计算:

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

式中:

$\rho$ ——由标准曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值, 单位为微克每升 ( $\mu$ g/L);

$V$ ——试验溶液定容体积的数值, 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0.0005%。

#### 6.8 铅含量的测定

##### 6.8.1 石墨炉原子吸收分光光度法 (仲裁法)

###### 6.8.1.1 原理

采用石墨炉原子吸收分光光度法, 在波长 283.3nm 处测定吸光度, 求出铅的含量。

###### 6.8.1.2 试剂或材料

6.8.1.2.1 硝酸溶液: 1+1。

6.8.1.2.2 铅标准贮备液: 0.1mg/mL。

6.8.1.2.3 铅标准溶液: 1 $\mu$ g/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。此溶液现用现配。

### 6.8.1.3 仪器设备

6.8.1.3.1 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。

6.8.1.3.2 石墨炉原子吸收分析装置：带电加热方式，可进行反向接地补偿。

6.8.1.3.3 铅空心阴极灯。

### 6.8.1.4 试验步骤

#### 6.8.1.4.1 试验溶液 B 的制备

称取约 10g 试样，精确至 0.2mg。置于 250mL 烧杯中，加水 30mL、硝酸溶液 10mL。盖上表面皿煮沸 1min，冷至室温后转移至 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液为试验溶液 B。试验溶液 B 用于铅、镉、铬、锌、镍的试验。

#### 6.8.1.4.2 标准曲线的绘制

分别移取 0.00mL（空白）、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。以铅标准溶液的质量浓度 ( $\mu$ g/L) 为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线并计算回归方程。

#### 6.8.1.4.3 测定

移取适量体积的试验溶液 B 置于 50 mL 容量瓶，从 6.8.1.4.2 的“加 1mL 硝酸溶液……”开始操作，至测定吸光度。由标准曲线或回归方程查得铅的质量浓度。

### 6.8.1.5 试验数据处理

铅的含量以铅的质量分数  $w_6$  计，按公式 (10) 计算：

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

式中：

$\rho$ ——由标准曲线或回归方程得出的试样溶液中铅的质量浓度的数值，单位为微克每升 ( $\mu$ g/L)；

$V$ ——被测定的试验溶液定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$m_0$ ——试料的质量（见6.8.1.4.1）的数值，单位为克 (g)；

$V_1$ ——移取试验溶液 B 的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_B$ ——试验溶液 B 的定容体积的数值，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 %。

## 6.8.2 火焰原子吸收光谱法

### 6.8.2.1 原理

在酸性介质中加入适量的碘化钾，试液中的铅离子与碘离子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含量。

### 6.8.2.2 试剂或材料

6.8.2.2.1 4-甲基-2-戊酮 (MIBK)。

6.8.2.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.8.2.2.3 抗坏血酸-碘化钾溶液：称取 25g 抗坏血酸和 41.5g 碘化钾，加水溶解，转移到 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.2.4 铅标准贮备液：1mL 溶液含有 0.1mg Pb。

6.8.2.2.5 铅标准溶液：0.01mg/mL。移取 10.00mL 铅标准贮备液置于 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。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。

6.8.2.3.2 铅空心阴极灯。

### 6.8.2.4 试验步骤

#### 6.8.2.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00mL（空白）、1.50mL、3.00mL、4.50mL 铅标准溶液置于 100mL 烧杯中，加 20mL 水、1mL 硝酸溶液，盖上表面皿煮沸 1min，冷却至室温后全部转移到 125mL 分液漏斗中，加入 20mL 抗坏血酸-碘化钾溶液、10mL 4-甲基-2-戊酮（MIBK），振摇 2min，再静置 10min 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 217.0nm 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，绘制标准曲线并计算回归方程。

#### 6.8.2.4.2 测定

称取约 2g 试样，精确至 0.0002g，置于 100mL 烧杯中，以下按 6.8.2.4.1 中“加 20mL 水……”操作，由绘制标准曲线查得或回归方程计算铅的质量浓度。

#### 6.8.2.5 试验数据处理

铅含量以铅质量分数  $w_6$  计，按公式（11）计算：

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (11)$$

式中：

$\rho$ ——由标准曲线查得或回归方程计算出试液（有机相）的铅的质量浓度，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）；

$m$ ——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 0.0005%。

## 6.9 镉含量的测定

### 6.9.1 石墨炉原子吸收分光光度法（仲裁法）

#### 6.9.1.1 原理

采用石墨炉原子吸收分光光度法，在波长 228.8nm 处测定吸光度，求出镉含量。

#### 6.9.1.2 试剂或材料

6.9.1.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.9.1.2.2 镉标准贮备溶液：0.1mg/mL。

6.9.1.2.3 镉标准溶液：0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$  移取 10.00mL 镉标准贮备液放入 1000mL 容量瓶中，加 20mL 硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。再取 10.00mL 该溶液于 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

### 6.9.1.3 仪器设备

6.9.1.3.1 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。

6.9.1.3.2 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。

6.9.1.3.3 发热炉：石墨或耐高温金属制。

6.9.1.3.4 镉空心阴极灯。

### 6.9.1.4 试验步骤

#### 6.9.1.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00mL（空白）、0.50mL、1.00mL、1.50mL 镉标准溶液于四个 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 228.8nm 处测其吸光度。以镉标准溶液的质量浓度（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线并计算回归方程。

#### 6.9.1.4.2 测定

移取适量体积的试验溶液 B(6.8.1.4.1)，按 6.9.1.4.1“加 1mL 硝酸溶液，……”开始操作，至测定吸光度。由标准曲线或回归方程查得镉的质量浓度。

#### 6.9.1.5 试验数据处理

镉含量以镉的质量分数  $w_7$  计，按公式（12）计算：

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100\% \dots\dots\dots (12)$$

式中：

$\rho$ ——由标准曲线或回归方程得出的试样溶液中镉的质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）；

$V$ ——被测定的试验溶液定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m_0$ ——试料的质（见 6.8.1.4.1）量的数值，单位为克（g）；

$V_1$ ——移取试验溶液 B(6.8.1.4.1)的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_B$ ——试验溶液 B(6.8.1.4.1)的定容体积的数值，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 0.00005%。

## 6.9.2 火焰原子吸收光谱法

### 6.9.2.1 原理

在酸性介质中加入适量的碘化钾，试液中的镉离子与碘离子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镉含量。

### 6.9.2.2 试剂或材料

6.9.2.2.1 4-甲基-2-戊酮（MIBK）。

6.9.2.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.9.2.2.3 抗坏血酸-碘化钾溶液：称取 25g 抗坏血酸和 41.5g 碘化钾，加水溶解，转移到 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.2.2.4 镉标准贮备溶液：1mL 溶液含有 0.1mgCd。称取 0.1000g 金属镉（99.9%以上）置于 100mL 烧杯中，加入 20mL 硝酸溶液，加热驱除氮氧化物，冷却后移入 1000mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。或按 HG/T 3696.2 的规定进行配制。

6.9.2.2.5 镉标准溶液：0.001mg/mL。移取 1.00mL 镉标准贮备液置于 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

### 6.9.2.3 仪器设备

6.9.2.3.1 原子吸收光谱仪。

6.9.2.3.2 镉空心阴极灯。

### 6.9.2.4 试验步骤

#### 6.9.2.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00mL（空白）、1.50mL、3.00mL、4.50mL 镉标准溶液置于 100mL 烧杯中，加 20mL 水、1mL 硝酸溶液，盖上表面皿煮沸 1min，冷却至室温后全部转移到 125mL 分液漏斗中，加入 20mL 抗坏血酸-碘化钾溶液、10mL 4-甲基-2-戊酮（MIBK），振摇 2min，再静置 10min 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，于波长 228.8nm 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，绘制标准曲线并计算回归方程。

#### 6.9.2.4.2 测定

称取约 2g 试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 烧杯中，以下按 6.9.2.4.1 中“加 20mL 水……”操作，由标准曲线查得或回归方程计算出镉的质量浓度。

### 6.9.2.5 试验数据处理

镉含量以镉的质量分数  $w_7$  计，按公式（13）计算：

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (13)$$

式中：

$\rho$ ——由标准曲线上查得或回归方程计算出试液（有机相）中镉的质量浓度，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）；

$m$ ——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 汞含量的测定

### 6.10.1 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（ $\text{KBH}_4$ ）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。

### 6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1 硝酸。

- 6.10.2.2 盐酸。
- 6.10.2.3 硝酸溶液：1+1。
- 6.10.2.4 硝酸溶液：1+4。
- 6.10.2.5 盐酸溶液：1+19。
- 6.10.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取 2.5g 氢氧化钠和 10.0g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至 1000mL，该溶液现用现配。
- 6.10.2.7 汞标准贮备溶液：0.1mg/mL。
- 6.10.2.8 汞标准溶液(I)：5 $\mu$ g/mL。移取 5mL 汞标准贮备溶液于 100mL 容量瓶中，加入 0.05g 重铬酸钾、5mL 硝酸，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。
- 6.10.2.9 汞标准溶液(II)：0.05 $\mu$ g/mL。移取 1mL 汞标准溶液(I)置于 100mL 容量瓶中，加入 0.05g 重铬酸钾、5mL 盐酸，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。
- 6.10.3 仪器设备
- 6.10.3.1 原子荧光光度计。
- 6.10.3.2 汞空心阴极灯。
- 6.10.4 试验步骤

#### 6.10.4.1 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24h，然后用水冲洗干净备用。

#### 6.10.4.2 标准曲线的绘制

分别取 0.00mL（空白）、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 汞标准溶液(II)于六个 100mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸，稀释至刻度，摇匀。此系列溶液中汞含量分别为 0 $\mu$ g/L、1 $\mu$ g/L、2 $\mu$ g/L、3 $\mu$ g/L、4 $\mu$ g/L、5 $\mu$ 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（ $\mu$ g/L）为横坐标绘制标准曲线并计算回归方程。

#### 6.10.4.3 测定

称取约 1.5g 试样，精确至 0.0002 g，置于 100mL 烧杯中，加 30mL 水、1mL 硝酸溶液（1+1），盖上表面皿煮沸约 1min，冷至室温后转移至 100mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。按 6.10.4.2 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），由标准曲线或回归方程得出汞的质量浓度（ $\mu$ g/L）。

#### 6.10.5 试验数据处理

汞含量以汞的质量分数  $w_8$  计，按公式（14）计算：

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (14)$$

式中：

$\rho$ ——由标准曲线查得或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（ $\mu$ g/L）；

$V$ ——试验溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=100$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

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%。

## 6.11 铬含量的测定

### 6.11.1 原理

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。

### 6.11.2 试剂或材料

6.11.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.11.2.2 铬标准贮备溶液：0.1mg/mL。

6.11.2.3 铬标准溶液：1 $\mu$ g/mL。移取 10.00mL 铬标准贮备溶液于 1000 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。

### 6.11.3 仪器设备

6.11.3.1 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。

6.11.3.2 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。

6.11.3.3 发热炉：石墨或耐高温金属制。原子吸收分光光度计。

6.11.3.4 铬空心阴极灯。

### 6.11.4 试验步骤

#### 6.11.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00mL（空白）、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（ $\mu$ g/L）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线并计算回归方程。

#### 6.11.4.2 测定

移取适量体积的试验溶液 B(6.8.1.4.1)，按 6.11.4.1 中从“加 1mL 硝酸溶液，……”操作，至测定吸光度。由标准曲线或回归方程得出铬的质量浓度。

#### 6.11.5 试验数据处理

铬的含量以铬的质量分数 $w_9$ 计，按公式（15）计算：

$$w_9 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100\% \dots \dots \dots (15)$$

式中：

$\rho$ ——试样中铬的质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu$ g/L）；

$V$ ——测定时试验溶液稀释定容体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=50$ ）；

$m_0$ ——试料的质量（见6.8.1.4.1）的数值，单位为克（g）；

$V_1$ ——移取试验溶液 B(6.8.1.4.1)的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_B$ ——试验溶液B(6.8.1.4.1)的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_B=250$ ）。

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%。

## 6.12 锌含量的测定

### 6.12.1 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。

### 6.12.2 试剂或材料

6.12.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.12.2.2 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。

6.12.2.3 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。

### 6.12.3 仪器设备

6.12.3.1 原子吸收光谱仪。

6.12.3.2 锌空心阴极灯。

### 6.12.4 试验步骤

#### 6.12.4.1 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。此系列溶液锌含量为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。

#### 6.12.4.2 测定

移取5.00 mL试验溶液B（见6.8.1.4.1）至50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按6.12.4.1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。

#### 6.12.4.3 试验数据处理

锌含量以锌（Zn）的质量分数 $w_{10}$ 计，按公式（16）计算：

$$w_{10} = \frac{\rho \times V \times 10^{-6}}{m \times (5/100)} \times 100\% \dots \dots \dots (16)$$

式中：

$\rho$ ——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）；

$V$ ——测定时试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试料的质量（见6.8.1.4.1）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0.0005 %。

## 6.13 镍含量的测定

### 6.13.1 原理

使用火焰原子吸收光谱法，在232.0 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。

### 6.13.2 试剂或材料

6.13.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.13.2.2 镍标准溶液：50 μg/mL。移取 5.00 mL 按 HG/T3696.2 配制的镍标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

### 6.13.3 仪器设备

6.13.3.1 原子吸收光谱仪。

6.13.3.2 镍空心阴极灯。

### 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 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、4.00 mg/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。

#### 6.13.4.2 测定

按绘制工作曲线的条件及步骤测定试验溶液 B（见 6.8.1.4.1）的吸光度。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。

#### 6.13.4.3 试验数据处理

镍含量以镍（Ni）的质量分数  $w_{11}$  计，按公式（17）计算：

$$w_{11} = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (17)$$

式中：

$\rho$ ——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）；

$V$ ——测定时试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试料的质量（见 6.8.1.4.1）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 0.0005 %。

## 6.14 总有机碳（TOC）（以 C 计）的测定

### 6.14.1 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）。

### 6.14.2 试剂或材料

6.14.2.1 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。

6.14.2.2 s

6.14.2.3 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。

6.14.2.4 无二氧化碳的水。

### 6.14.3 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，具非分散型红外检测器。

#### 6.14.4 试验步骤

##### 6.14.5 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。

#### 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）。

#### 6.14.6 试验数据处理

总有机碳（TOC）（以 C 计）的质量分数  $w_{12}$ ，单位以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（18）计算：

$$w_{12} = \frac{(\rho_{TC} - \rho_{IC}) \times 0.1}{m \times 10^{-3}} \dots \dots \dots (18)$$

式中：

$\rho_{TC}$ ——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）；

$\rho_{IC}$ ——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）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$10^{-3}$ ——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 0.0005%。

## 7 检验规则

7.1 本文件采用型式检验和出厂检验。

7.2 本文件第 4 章规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，至少每年进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：

a) 更新关键生产工艺；

- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

7.3 本文件第 4 章规定的项目铝铁含量、总铁、二价铁为出厂检验项目，应逐批检验。

7.4 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的工业硫酸铝铁为一批。每批产品应不超过 100t。

7.5 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。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。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。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，另一瓶保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

7.7 检验结果如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

## 8 标志、标签和随行文件

8.1 工业硫酸铝铁的外包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净质量、批号或生产日期、本文件编号和 GB 190—2009 中规定的“腐蚀性物质”标签及 GB/T 191—2025 表 5 中规定的“避免雨淋”、“避免日晒”标志。

8.2 每批出厂的工业硫酸铝铁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、运输和贮存

9.1 工业硫酸铝铁用槽罐车装运。也可根据用户要求用聚乙烯塑料桶包装。

9.2 工业硫酸铝铁在运输过程中应保持包装完整、标志清晰。运输应满足腐蚀性物质的相关规定。

9.3 工业硫酸铝铁产品贮存期为 6 个月。

参考文献

- [1] GB 190—2009 危险货物包装标志
  - [2] GB 12268—2025 危险货物物品名表
-