



中华人民共和国国家标准

GB 15892—2003

水处理剂 聚氯化铝

Water treatment chemical—Poly aluminium chloride

2003-06-13 发布

2003-12-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准表 1 中 I 类产品指标为强制性的, II 类产品指标和其他条文为推荐性的。

本标准是非等效采用日本工业标准 JIS K 1475:1996《给水用 聚合氯化铝》和美国给水工程协会标准 ANSI/AWWA B 408:1993《液体 聚合氯化铝》对 GB 15892—1995《水处理剂 聚合氯化铝》修订而成。

本标准与 JIS K 1475:1996 和 ANSI/AWWA B 408:1993 的主要差异为:

- 本标准包括液体聚合氯化铝和固体聚合氯化铝。
- 根据聚合氯化铝技术进展和我国聚铝行业的生产工艺及原料来源提高了盐基度的技术指标。
- 有关重金属指标的检验方法有变动。

本标准与 GB 15892—1995 的主要差异为:

- 增加了凝聚性能的判定的方法(附录 A)。
- 降低了一些重金属含量的指标。
- 取消了 Mn 和 SO_4^{2-} 2 项指标。

附录 A 为提示的附录。

本标准自实施之日起,同时代替 GB 15892—1995。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位:深圳中润水工业技术发展有限公司、凯米沃特(宜兴)净化剂有限公司、中国预防医学科学院环境卫生监测所、江苏太仓新星轻工助剂厂、深圳市清源净水器材有限公司、武汉自来水公司药剂厂、重庆渝西化工厂、淄博净水剂厂、鞍钢附企给排水净水剂厂、重庆蓝洁自来水材料有限公司。

本标准主要起草人:李润生、卢国平、鄂学礼、陶福棠、黄红杉、汤志松、练荣伟、贾久顺、赵俊岩、邹鹏。

本标准参加起草单位:南昌市昌林净水剂有限公司、南票矿务局化工厂、新乡新水水处理有限公司、河南巩义市芝田净水剂厂、巩义市恒源净水材料有限公司。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准首次发布于 1995 年。

中华人民共和国国家标准

GB 15892—2003

水处理剂 聚氯化铝

代替 GB 15892—1995

Water treatment chemical—Poly aluminium chloride

1 范围

本标准规定了水处理剂聚氯化铝的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于水处理剂聚氯化铝。该产品主要用于饮用水、工业用水和各种污水的处理。其中用于饮用水用聚氯化铝的原料盐酸，应采用工业合成盐酸。

示性式： $Al_n(OH)_mCl_{(3n-m)}$ $0 < m < 3n$

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 610.2—1988 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 产品分类

聚氯化铝按用途分为二类：

I类：饮用水用。

II类：工业用水、废水和污水用。

4 技术要求

4.1 外观

液体：无色或黄色、褐色液体。

固体：白色或黄色、褐色颗粒或粉末。

4.2 水处理剂聚氯化铝指标应符合表1要求。

表 1

指标名称	指 标					
	I 类				II 类	
	液体		固体		液体	固体
	优等品	一等品	优等品	一等品		
氧化铝(Al_2O_3)的质量分数/%	\geq 10.0	10.0	30.0	28.0	10.0	27.0
盐基度/%	40~85	40~85	40~90	40~90	40~90	40~90
密度(20℃)/(g/cm ³)	\geq 1.15	1.15	—	—	1.15	—
水不溶物的质量分数/%	\leq 0.1	0.3	0.3	1.0	0.5	1.5
pH(1%水溶液)	3.5~5.0	3.5~5.0	3.5~5.0	3.5~5.0	3.5~5.0	3.5~5.0
氨态氮(N)的质量分数/%	\leq 0.01		0.01			
砷(As)的质量分数/%	\leq 0.000 1		0.000 2			
铅(Pb)的质量分数/%	\leq 0.000 5		0.001			—
镉(Cd)的质量分数/%	\leq 0.000 1		0.000 2			
汞(Hg)的质量分数/%	\leq 0.000 01		0.000 01			
六价铬(Cr^{6+})的质量分数/%	\leq 0.000 5		0.000 5			

注：氨态氮、砷、铅、镉、汞、六价铬等杂质的质量分数均按 10.0% Al_2O_3 计。
表 1 中 I 类产品的指标为强制性的，II 类为推荐性的。

5 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所需要标准溶液、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。

安全提示：本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性，使用时应注意。溅到身上时，用大量水冲洗。

5.1 氧化铝(Al_2O_3)含量的测定

5.1.1 方法提要

用硝酸将试样解聚，在 pH=3 时加过量的乙二胺四乙酸二钠溶液使 EDTA 与铝离子络合，然后用氯化锌标准滴定溶液返滴定。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 硝酸溶液：1+12。

5.1.2.2 氨水溶液：1+1。

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

5.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=5.5)：称取乙酸钠(三水)272 g 溶于水，加冰乙酸 19 mL，稀释至 1 000 mL。

5.1.2.5 百里酚蓝溶液：1 g/L 乙醇溶液。

5.1.2.6 二甲酚橙指示溶液：5 g/L。

5.1.2.7 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.02 mol/L。

5.1.3 分析步骤

称取约 8 g 液体试样或 2.5 g 固体试样，精确至 0.000 2 g。用不含二氧化碳的水溶解，移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。若稀释液浑浊，用中速滤纸干过滤，此为试液 A。用移液管移取 10 mL 稀释液或干过滤溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，加 10 mL 硝酸溶液，煮沸 1 min，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 2~4 滴二甲酚橙指示溶液，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。

5.1.4 分析结果的表述

以质量分数表示的氧化铝(Al_2O_3)含量 w_1 (%)按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM/2}{m \times 10/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——空白试验消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积, mL;

V ——测定试样消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$)。

5.1.5 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:液体产品不大于0.1%;固体产品不大于0.2%。

5.2 盐基度的测定

5.2.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液,以氟化钾掩蔽铝离子,以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})$ 约0.5 mol/L。

5.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约0.5 mol/L。

5.2.2.3 酚酞指示液:10 g/L乙醇溶液。

5.2.2.4 氟化钾溶液:500 g/L。

称取500 g氟化钾,以200 mL不含二氧化碳的蒸馏水溶解后,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。

5.2.3 分析步骤

移取25.00 mL试液A,置于250 mL磨口瓶中,加20.00 mL盐酸标准溶液,接上磨口玻璃冷凝管,煮沸回流2 min,冷却至室温。转移至聚乙烯杯中,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。同时用不含二氧化碳的蒸馏水作空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

以百分比表示的盐基度(w_2)按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM}{\frac{mw_1}{100} \times \frac{25}{250} \times \frac{0.5293}{8.994}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V ——测定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

w_1 ——5.1条测得的氧化铝的质量分数, %;

M ——氢氧根 $[\text{OH}^-]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=16.99$);

0.5293—— Al_2O_3 折算成Al的系数;

8.994—— $[\frac{1}{3}\text{Al}]$ 的摩尔质量。

5.2.5 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不大于2.0%。

5.3 密度的测定

5.3.1 方法提要

由密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度。

5.3.2 仪器、设备

5.3.2.1 密度计:分度值为0.001。

5.3.2.2 恒温水浴:可控温度(20±1)℃。

5.3.2.3 温度计:分度值为1℃。

5.3.2.4 量筒:250 mL或500 mL。

5.3.3 分析步骤

将液体聚氯化铝试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡。将量筒置于(20±1)℃的恒温水浴中。待温度恒定后,将密度计缓缓地放入试样中。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。

5.4 水不溶物含量的测定

5.4.1 仪器、设备

5.4.1.1 电热恒温干燥箱:10℃~200℃。

5.4.1.2 布氏漏斗: $d=100$ mm。

5.4.2 分析步骤

称取约10 g液体试样或约3 g固体试样,精确至0.001 g。置于1 000 mL烧杯中,加入500 mL水,充分搅拌,使试样溶解。然后,在布氏漏斗中,用恒量的中速定量滤纸抽滤。

洗至无Cl⁻时(用硝酸银溶液检验),将滤纸连同滤渣于100℃~105℃干燥至恒量。

5.4.3 分析结果的表述

以质量分数表示的水不溶物含量 w_3 (%)按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——滤纸和滤渣的质量,g;

m_2 ——滤纸的质量,g;

m ——试料的质量,g。

5.4.4 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,液体样品不大于0.03%,固体样品不大于0.1%。

5.5 pH值的测定

5.5.1 仪器、设备

一般实验室用仪器和

5.5.1.1 酸度计:精度0.02pH单位,配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

5.5.2 分析步骤

称取1.00 g±0.01 g试样。用水溶解后,全部转移到100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

将试样溶液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出pH值。

5.6 氨态氮(N)含量的测定

5.6.1 方法提要

试样中加入碳酸钠溶液使Al³⁺形成氢氧化物沉淀,于沉淀上清液中加入次氯酸钠和1-萘酚,形成蓝绿色脎酚络合物,在波长720 nm处测定其吸光度,求出氨态氮含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 硫酸溶液:1+35。

5.6.2.2 碳酸钠溶液:30 g/L。

5.6.2.3 氢氧化钠溶液:10 g/L。

5.6.2.4 次氯酸钠溶液:1 g/L。

将(100/c)mL(c为有效氯浓度)次氯酸钠及15 g氢氧化钠溶于水,并稀释至1 000 mL。

5.6.2.5 EDTA·氢氧化钠混合溶液:

称取0.93 g乙二胺四乙酸二钠溶于氢氧化钠溶液(40 g/L)中,并用氢氧化钠溶液将其稀释至250 mL。

5.6.2.6 1-萘酚溶液:

称取1.6 g 1-萘酚溶于丙酮·乙醇(15+85)溶液中,并用丙酮·乙醇溶液将其稀释至100 mL。

5.6.2.7 氨态氮标准储备溶液:1.00 mL溶液含0.1 mgN。

5.6.2.8 氨态氮标准溶液:1.00 mL溶液含0.005 mgN。

用移液管移取50 mL氨态氮标准储备溶液,移入1 000 mL容量瓶中,用无氨蒸馏水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

5.6.3 分析步骤

5.6.3.1 标准曲线的绘制

分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL氨态氮标准溶液,移入100 mL容量瓶中,加无氨蒸馏水约50 mL。加入1 mL次氯酸钠溶液,摇匀,2 min后5 min内加入1 mL EDTA·氢氧化钠混合溶液,摇匀,再在1 min后5 min内加入5 mL 1-萘酚溶液并再次摇匀,加水稀释至刻度,于25℃~30℃静置15 min。用1 cm比色皿,在波长720 nm处以试剂空白为参比测其吸光度。以氨态氮的(mg)含量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

5.6.3.2 测定

称取约10 g液体试样或3.3 g固体试样,精确至0.001 g。移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取25 mL此溶液,置于100 mL容量瓶中,加1.5 mL硫酸溶液摇匀后,加入5 mL碳酸钠溶液并稀释至刻度,轻轻摇匀。静置使氢氧化物沉淀。用移液管移取50 mL上清液于100 mL容量瓶中,用氢氧化钠溶液调pH至约11。以下按绘制标准曲线步骤进行吸光度的测定。

5.6.4 分析结果的表述

以质量分数表示的氨态氮的含量 w_4 (%)按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{25}{500} \times \frac{50}{100}} \times 100$$

$$= \frac{4m}{m_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中: m ——从曲线上得到的氨态氮(N)的质量,mg; m_0 ——试料的质量,g。

5.6.5 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0.002%。

5.7 砷含量的测定

5.7.1 DDTC 银法——仲裁法

5.7.1.1 方法提要

在酸性介质中,将砷还原成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液吸收砷化氢气体,形成紫红色物质,在510 nm处测其吸光度。

5.7.1.2 试剂和材料

- 5.7.1.2.1 无砷锌。
 5.7.1.2.2 三氯甲烷。
 5.7.1.2.3 硫酸溶液:1+1。
 5.7.1.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。
 5.7.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:

将 40 g 氯化亚锡溶于 100 mL 盐酸中,保存时可加入几粒金属锡,贮于棕色瓶中。

- 5.7.1.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺二氯甲烷吸收液:

称取 1.0 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,研碎后,边研磨边加入 100 mL 三氯甲烷。然后加入 18 mL 三乙基胺,再用三氯甲烷稀释至 1 000 mL,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。

- 5.7.1.2.7 砷标准储备溶液:1.00 mL 含 0.1 mgAs。

- 5.7.1.2.8 砷标准溶液:1.00 mL 含 0.001 mgAs。

移取 10.00 mL 砷标准储备液于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,混匀,临用时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

- 5.7.1.2.9 乙酸铅脱脂棉。

- 5.7.1.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

- 5.7.1.3.1 分光光度计。

- 5.7.1.3.2 定砷器:符合 GB/T 610.2 中第 5.3 条之规定。

- 5.7.1.4 分析步骤

- 5.7.1.4.1 标准曲线的绘制

a) 在 6 个干燥的定砷瓶中,依次加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液,再依次加入 30 mL、29 mL、28 mL、27 mL、26 mL、25 mL 水使溶液总体积为 30 mL。

b) 在各定砷瓶中加入 4 mL 硫酸溶液,2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀。静置反应 20 min。再各加入 5 g±0.1 g 无砷锌,立即将塞有乙酸铅脱脂棉并盛有 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液的吸收管子装在定砷瓶上,反应 50 min。取下吸收管(勿使液面倒吸),用三氯甲烷将吸收液补充至 5.0 mL,混匀。

c) 在波长 510 nm 处,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比,测定吸光度。

d) 以砷含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

- 5.7.1.4.2 测定

称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 蒸发皿中。加入 10 mL 硫酸溶液,在沸水浴上蒸至近干。冷却,以热水溶解(如有不溶物应过滤除去),再移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(此溶液为试液 B)。

移取 10 mL 试液 B 于定砷瓶中,加入 20 mL 水。然后按工作曲线的绘制中的 b、c 步骤操作,测定吸光度。

- 5.7.1.5 分析结果的表述

以质量分数表示的砷的含量 w_5 (%)按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 100} \times 100$$

$$= \frac{m}{m_0} \dots\dots\dots(5)$$

式中: m ——从工作曲线上查得的砷含量,mg;

m_0 ——试料的质量,g。

5.7.1.6 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不大于0.000 05%。

5.7.2 砷斑法

5.7.2.1 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,砷化氢气体与溴化汞试纸作用时,产生棕黄色的汞砷化合物,可用于砷的目视比色法测定。

5.7.2.2 试剂和材料

5.7.2.2.1 盐酸。

5.7.2.2.2 碘化钾。

5.7.2.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.7.2.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.7.2.2.5 氢氧化钠溶液:100 g/L。

5.7.2.2.6 无砷锌粒。

5.7.2.2.7 乙酸铅棉花。

5.7.2.2.8 溴化汞试纸。

5.7.2.2.9 砷标准贮备液:1 mL含0.1mg As。

5.7.2.2.10 砷标准溶液:1 mL含0.001 mg As(配制方法同5.7.1.2.8)。

5.7.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

定砷器:同GB/T 610.1中5.2规定。

5.7.2.4 分析步骤

移取10.00 mL试液B,置于定砷器的广口瓶中,在另一定砷器的广口瓶中,准确加入5.00 mL砷标准溶液。分别稀释至70 mL。加6 mL盐酸,摇匀,加2.5 g无砷锌粒,立即按GB/T 610.1中图装好装置,于暗处在25℃~30℃放置1 h~1.5 h。比较溴化汞试纸的颜色,即可判定。

5.8 铅含量的测定

5.8.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长283.3 nm处测定吸光度。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.8.2.2 铅标准贮备液:1 mL含0.1 mg Pb。

称取0.100 g铅(质量分数为99.9%以上),精确至0.000 2 g,加20 mL硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

5.8.2.3 铅标准溶液:1 mL含0.001 mg Pb。

移取10.00 mL铅标准贮备液放入1 000 mL容量瓶中,加20 mL硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

5.8.3.1 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。

5.8.3.2 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。

5.8.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

5.8.3.4 铅空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸溶液 10 mL,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此为试液 C,供测 Pb、Cd 使用。

5.8.4.2 分别移取 5.00 mL 试液 C,置于 4 个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铅标准溶液,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 283.3 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的铅浓度为横坐标,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,交点即为所测试样中铅的含量。

5.8.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铅的含量 w_6 (%)按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{5}{1\,000}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: m ——试样中铅的质量,mg;

m_0 ——试料的质量,g。

5.8.6 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 0.000 2%。

5.9 镉含量的测定

5.9.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处测定吸光度,求出镉含量。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.9.2.2 镉标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg Cd。

称取 0.100 g 金属镉(质量分数为 99.9%以上),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

5.9.2.3 镉标准溶液:1 mL 含 0.000 1 mg Cd。

移取 10.00 mL 镉标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。再取 10.00 mL 该溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

5.9.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

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

5.9.3.2 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。

5.9.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

5.9.3.4 镉空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

分别移取 5.00 mL 试液 C,置于 4 个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液,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 228.8 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的镉浓度为横坐标,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,交点即为所测试样中镉的含量。

5.9.5 分析结果的表述

以质量分数表示的镉的含量 w_7 (%)按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{5}{1\,000}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中： m ——试样中镉的质量，mg；

m_0 ——试料的质量，g。

5.9.6 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不大于 0.000 05%。

5.10 汞含量的测定

5.10.1 分光光度法

5.10.1.1 方法提要

将试样中的汞用高锰酸钾氧化成二价汞离子，过量的高锰酸钾用盐酸羟胺还原后，在硫酸酸性溶液用双硫脲四氯化碳溶液来萃取。在萃取液中加入盐酸进行反萃取。然后将水层 pH 调节为 4.8~5.5，再用双硫脲四氯化碳溶液萃取汞离子，过量的双硫脲用氨水洗净后，由分光光度法求出汞的含量。

5.10.1.2 试剂和材料

5.10.1.2.1 硫酸溶液：1+1。

5.10.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

5.10.1.2.3 硝酸。

5.10.1.2.4 乙酸溶液：1+2。

5.10.1.2.5 氨水溶液：1+2。

5.10.1.2.6 氨水溶液：1+3。

5.10.1.2.7 氨性洗液：取氨水 1 mL，加水稀释到 100 mL，加 EDTA 溶液 5 mL。

5.10.1.2.8 高锰酸钾。

5.10.1.2.9 盐酸羟胺溶液：200 g/L。

称取盐酸羟胺 20 g 溶于水中，并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗，加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL，振摇后静置，弃去四氯化碳层。重复这项操作，直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.10.1.2.10 尿素溶液：200 g/L。

称取尿素 20 g 溶于水中，并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗，加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL，振摇后静置，弃去四氯化碳层。重复这项操作，直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.10.1.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液：38 g/L。

称取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g 溶于水中，并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗，加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL，振摇后静置，弃去四氯化碳层。重复这项操作。直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.10.1.2.12 精制四氯化碳：在四氯化碳中，加入约占其容量 5% 的硫酸摇混，静置后弃去硫酸层。重复操作到硫酸层无色为止。然后水洗，加块状氧化钙摇混，将混有氧化钙的四氯化碳进行蒸馏，收集 77℃ 的馏分。

5.10.1.2.13 双硫脲四氯化碳贮备溶液：0.1 g/L。

取双硫脲(二苯基硫卡巴脲)放入玛瑙研钵，研成细粉。取其 100 mg，加 1 L 精制四氯化碳，不时地搅拌，静置 24 h 以上使双硫脲完全溶解。

5.10.1.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液：0.05 g/L。

移取双硫脲四氯化碳贮备溶液 100.00 mL 于 200 mL 容量瓶中，加精制四氯化碳至刻度。

5.10.1.2.15 双硫脲四氯化碳溶液：0.005 g/L。

移取双硫脲四氯化碳浓溶液 50.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，加精制四氯化碳至刻度。

5.10.1.2.16 酚红的乙醇溶液：1 g/L。

称取酚红 0.1 g，溶于 20 mL 95% 乙醇，用水稀释成 100 mL。

5.10.1.2.17 汞标准储备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Hg。

5.10.1.2.18 汞标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg Hg。

移取汞标准储备液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。再取 10.00 mL 此溶液于 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液现用现配。

5.10.1.3 仪器、设备

5.10.1.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

5.10.1.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL 圆底磨口烧瓶,冷凝管长 30 cm 以上。

5.10.1.3.3 玻璃珠: $d=2\text{ mm}\sim 4\text{ mm}$ 。

5.10.1.3.4 分光光度计。

5.10.1.4 分析步骤

(1) 称取液体试样约 25 g, 固体试样约 8.5 g, 精确到 0.01 g, 放入回流冷凝装置的烧瓶中, 加水约 300 mL、硝酸 30 mL 和高锰酸钾 1 g, 轻轻地摇匀, 放入几粒玻璃珠后, 装上回流冷凝管, 缓缓加热, 煮沸 1 h。

(2) 如果煮沸过程中高锰酸钾的颜色消失, 可停止加热, 待液温下降到约 40℃ 时加 1 g 高锰酸钾, 继续加热煮沸。重复这项操作, 直到高锰酸钾的颜色保持 10 min 以上不褪色为止。

(3) 煮沸 1 h 后冷却到液温约 40℃, 取下烧瓶, 滴加盐酸羟胺溶液直到高锰酸钾颜色消失为止。加几滴酚红的乙醇溶液, 边冷却边加氨水溶液, 直到溶液颜色变红为止。

(4) 加硫酸溶液 15 mL, 盐酸羟胺溶液 5 mL 和尿素溶液 5 mL 后, 移入 500 mL 分液漏斗。在其中加入双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后, 将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗。

(5) 在水层中再加双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后将四氯化碳层合并到刚才分离出来的四氯化碳层中, 弃去水层。

(6) 给四氯化碳层加水 20 mL, 通过振摇 30 s 来洗涤四氯化碳层, 静置后, 将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗, 弃去水层。

(7) 给四氯化碳层加盐酸溶液 10 mL, 振摇 30 s, 静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗, 保留水层。

(8) 给四氯化碳层加盐酸溶液 5 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层, 水层则合并到前项保留的水层中。

(9) 水层用水稀释到约 50 mL, 加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 乙酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液 (1+2) 10 mL。

(10) 使用溴甲酚绿 pH 试纸, 小心滴加氨水溶液 (1+3) 调节 pH 到 4.8~5.5 (当 pH 值超过 5.5 时, 整个方法报废), 准确加入双硫脲四氯化碳溶液 10 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后, 将四氯化碳移入 50 mL 分液漏斗, 弃去水层。

(11) 给四氯化碳层加氨性洗液 10 mL, 剧烈振摇 30 s, 静置后只将水层用移液管或滴液管吸出。重复这项操作, 直到氨性洗液成为无色为止。

(12) 将四氯化碳注入 10 mm 吸收池, 测在波长 490 nm 处的吸光度。

(13) 标准曲线的绘制: 依次移取汞标准溶液 1.00 mL~15.00 mL, 放入 100 mL 分液漏斗, 加盐酸溶液 15 mL, 用水稀释至大约 50 mL。加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 乙酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水 (1+2) 10 mL。然后按照 (10)~(12) 同样操作, 以汞含量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线。同时做空白试验。

5.10.1.5 分析结果的表述:

以质量分数表示的汞的含量 $w_3(\%)$ 按式 (8) 计算:

$$w_{\%} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中： m ——从标准曲线查出的汞的质量，mg；

m_0 ——试料的质量，g。

5.10.1.6 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不大于0.000 005%。

5.10.2 冷原子吸收法

5.10.2.1 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。

5.10.2.2 试剂和材料

5.10.2.2.1 硫酸-硝酸混合液：

将200 mL硫酸(优级纯)缓慢加入300 mL水中，同时不断搅拌。冷却后加入100 mL硝酸(优级纯)，混匀。

5.10.2.2.2 硫酸(优级纯)溶液：1+71。

5.10.2.2.3 盐酸(优级纯)溶液：1+11。

5.10.2.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液：10 g/L。

5.10.2.2.5 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

5.10.2.2.6 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10 mL盐酸溶液及适量水使其溶解，稀释至100 mL，混匀。

5.10.2.2.7 汞标准储备液：1 mL溶液含0.1 mg Hg。

5.10.2.2.8 汞标准溶液：1 mL含0.001 mg Hg(配制方法同5.10.1.2.18)。

5.10.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.10.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

5.10.2.3.2 汞空心阴极灯。

5.10.2.4 分析步骤

5.10.2.4.1 标准曲线的绘制

在6个50 mL容量瓶中，依次加入汞标准溶液0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 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。

以汞含量(mg)为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

5.10.2.4.2 测定

移取10 mL试液B于50 mL容量瓶中。以下操作按标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。

5.10.2.5 分析结果的表述

以质量分数表示的汞的含量 $w_{\%}$ (%)按式(9)计算：

$$w_{\%} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中： m ——从工作曲线上查得的汞含量，mg；

m_0 ——试料的质量, g。

5.10.2.6 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 0.000 002%。

5.11 六价铬含量的测定

5.11.1 方法提要

用氨水将 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 生成氢氧化物或碱式盐, 沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定铬。

5.11.2 试剂与材料

5.11.2.1 氨水溶液: 1+1。

5.11.2.2 甲基红指示剂: 1 g/L 乙醇溶液。

5.11.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

5.11.3.1 原子吸收分光光度计。

5.11.3.2 铬空心阴极灯

5.11.3.3 铬标准储备溶液: 1 mL 溶液含有 0.1 mg Cr。

5.11.3.4 铬标准溶液: 1 mL 溶液含有 0.01 mg Cr。

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 试样的制备

称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加水 50 mL 水溶解, 加入 2 滴甲基红指示剂, 在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止, 加热至微沸, 使沉淀凝聚。冷却后, 转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。用快速定性滤纸干过滤, 滤液留作测定用。

5.11.4.2 标准曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准系列含铬量为 0.00 mg、0.01 mg、0.02 mg、0.03 mg、0.04 mg、0.06 mg, 在仪器的最佳工作条件下, 于波长 357.9 nm 处, 以空白调零, 测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标, 相对应的铬含量为横坐标, 绘制标准曲线。

5.11.4.3 试样的测定

按标准曲线的同等仪器条件, 以空白调零, 测定其吸光度, 从标准曲线上求得相应的铬含量。

5.11.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铬的含量 $w_{10}(\%)$ 按式(10)计算:

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

式中: m ——曲线中查得的铬的质量, mg;

m_0 ——试料的质量, g。

5.11.6 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 0.000 1%。

6 检验规则

6.1 本标准规定的全部指标项目为型式检验项目, 在正常生产情况下, 6 个月至少进行一次型式检验。其中密度、氧化铝、盐基度、水不溶物、pH 等 5 项指标项目应逐批检验。若需判定每批聚合氯化铝的混凝性能, 参见附录 A。

6.2 水处理剂聚合氯化铝应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验, 生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书, 内容包括: 生产厂名、产品名

称、类别、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

6.4 每批产品液体应不超过 200 t, 固体应不超过 60 t。

6.5 按 GB/T 6678—1986 第 6.6 条的规定确定采样单元数。

对于袋装固体产品, 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。将所采样品混匀, 用四分法缩分至约 500 g, 分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中, 密封。

对于桶装液体产品, 采样时应将采样器深入桶内, 从上、中、下部位采样量不少于 50 mL。将所采样品混匀, 从中取出约 800 mL, 分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中, 密封。

对于用贮罐车装运的液体产品, 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、干燥的塑料瓶中, 密封。

在密封的样品瓶上粘标签, 注明: 生产厂名、产品名称、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 3 个月备查。

6.6 检验结果如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。核验结果有一项不符合本标准要求时, 整批产品不能验收。

6.7 当供需双方对产品质量发生异议时, 按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 水处理剂聚氯化铝的外包装上应有涂刷牢固清晰的标志, 内容包括: 生产厂名、产品名称、商标、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 191 规定的“标志 7 怕湿”。

7.2 固体水处理剂聚氯化铝采用双层包装, 内包装采用聚乙烯薄膜袋, 厚度不小于 0.05 mm, 包装容积应大于外包装; 外包装采用聚丙烯塑料编织袋, 其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。每袋净重 25 kg、50 kg (或依顾客要求而定)。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口, 外袋用缝包机缝口, 缝线应整齐无漏缝。

7.3 液体聚氯化铝采用聚乙烯塑料桶包装, 每桶净重 25 kg、50 kg 或 200 kg。采用双层桶盖, 内盖扣严, 外盖旋紧。用户需要时, 液体聚氯化铝也可用贮罐车装运。

7.4 水处理剂聚氯化铝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。

7.5 水处理剂聚氯化铝应贮存在通风干燥的库房内。液体产品贮存期 6 个月, 固体产品贮存期 12 月。

附 录 A
(提示的附录)
混凝性能的判定

A1 方法提要

用自然原水(江河、湖泊、水库等地面水源水),用混凝沉淀试验搅拌机进行混凝沉淀试验,根据试验结果判断混凝性能。

A2 仪器和设备

一般实验室用设备和

A2.1 混凝沉淀试验搅拌机;

A2.2 散射光度仪。

A3 混凝沉淀试验**A3.1 聚合氯化铝稀释液的配置**

称取聚合氯化铝试样,放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,使稀释液 Al_2O_3 含量为 1.0 mg/mL~10 mg/mL。该液应在使用当天配制。

A3.2 设置试验程序

混合	500 r/min~1 000 r/min	30 s~60 s
絮凝	20 r/min~200r/min	10 min~30 min
沉淀		10 min~30 min

A3.3 将原水注入 6 个完全相同的烧杯中,加至 1 000 mL 刻度处。将聚合氯化铝稀释液用刻度吸管依大小顺序,依次放入加药试管中。

A3.4 启动混凝沉淀试验搅拌机,试验参照程序 A3.2 进行。沉淀时间到,取澄清水样,测定剩余浊度等水质指标。

A3.5 试验期间,同时观测絮凝体形成时间、形状、大小和沉降状况,并作记录。

A4 混凝沉淀效果的评价

根据混凝剂投加量、澄清水剩余浊度和其它水质指标以及观测状况,绘制曲线或作表,评价混凝沉淀效果。