

净水剂 聚合硫酸铁

GB 14591-1993

Water clarifying agent - Polymeric ferric sulfate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚合硫酸铁产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存、安全要求。

本标准适用于以硫酸法生产钛白粉的副产品硫酸亚铁和工业硫酸为原料制得的聚合硫酸铁。该产品主要用作净水剂。

分子式： $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_3 - \frac{n}{2}]_m$ 。

2 引用标准

- GB 190 危险货物包装标志
- GB 191 包装贮运图示标志
- GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 610.2 化学试剂 砷测定通用方法（二乙基二硫代氨基甲酸银法）
- GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 8946 塑料编织袋

3 产品分类

聚合硫酸铁产品按状态分为Ⅰ型、Ⅱ型。Ⅰ型为液体、Ⅱ型为固体。

4 技术要求

- 4.1 外观：Ⅰ型为红褐色粘稠透明液体；Ⅱ型为淡黄色无定型固体。
- 4.2 聚合硫酸铁应符合表1要求。

表 1

项 目		指 标	
		I 型	II 型
密度, g/cm ³ (20℃)	W	1.45	
全铁含量, %	W	11.0	18.5
还原性物质(以 Fe ²⁺ 计)含量, %	W	0.10	0.15
盐基度, %		9.0 ~ 14.0	9.0 ~ 14.0
pH(1%水溶液)		2.0 ~ 3.0	2.0 ~ 3.0
砷(As)含量, %	W	0.0005	0.0008
铅(Pb)含量, %	W	0.0010	0.0015
不溶物含量, %	W	0.3	0.5

5 试验方法

试验方法中, 除特殊规定外, 只应使用分析纯试剂和符合 GB 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他规定时, 均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

5.1 密度的测定(密度计法)

5.1.1 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读出该液体的密度。

5.1.2 仪器、设备

5.1.2.1 密度计: 刻度值为 0.001g/cm³;

5.1.2.2 恒温水浴: 可控制温度 20 ± 1℃;

5.1.2.3 温度计: 分度值为 1℃;

5.1.2.4 量筒: 250 ~ 500mL。

5.1.3 测定步骤

将聚合硫酸铁试样(I型)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(标有读弯月面上缘刻度的密度计除外), 即为 20℃试样的密度。

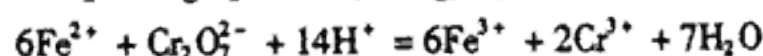
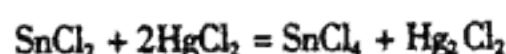
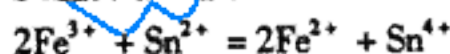
5.2 全铁含量的测定

5.2.1 重铬酸钾法

5.2.1.1 方法提要

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予以除去, 然后用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



5.2.1.2 试剂和材料

a. 氯化亚锡 (GB 638): 250g/L 溶液;

称取 25.0g 氯化亚锡置于干燥的烧杯中, 溶于 20mL 盐酸, 冷却后稀释到 100mL, 保存于棕色滴瓶中, 加入高纯锡粒数颗。

b. 盐酸 (GB 622): 1+1 溶液;

c. 氯化汞 (HG 3-1068): 饱和溶液;

d. 硫-磷混酸: 将 150mL 硫酸 (GB 625), 注入 500mL 水中, 再加 150mL 磷酸 (GB 1282), 然后稀释到 1000mL;

e. 重铬酸钾 (GB 642) 标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) = 0.1mol/L$;

f. 二苯胺磺酸钠溶液: 5g/L。

5.2.1.3 分析步骤

I 型产品称取约 1.5g 试样, II 型产品称取约 0.9g 试样, 精确至 0.001g, 置于 250mL 锥形瓶中, 加水 20mL, 加盐酸溶液 (5.2.1.2b) 20mL, 加热至沸, 趁热滴加氯化亚锡溶液 (5.2.1.2a) 至溶液黄色消失, 再过量 1 滴, 快速冷却, 加氯化汞溶液 (5.2.1.2c) 5mL, 摇匀后静置 1min, 然后加水 50mL, 再加入硫-磷混酸 (5.2.1.2d) 10mL, 二苯胺磺酸钠指示液 (5.2.1.2f) 4~5 滴, 用重铬酸钾标准滴定溶液 (5.2.1.2e) 滴定至紫色 (30s 不褪) 即为终点。

5.2.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的全铁含量 X_1 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{V \cdot c \times 0.05585}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V——化学计量点时试样所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m——试料的质量, g;

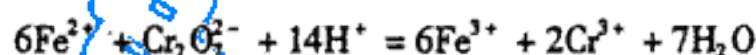
0.05585——与 1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) = 1.000mol/L\right]$ 相当的、以克表示的铁的质量。

5.2.2 三氯化钛法

5.2.2.1 方法提要

在酸性溶液中, 滴加三氯化钛溶液将三价铁离子还原为二价, 过量的三氯化钛进一步将钨酸钠指示液还原生成“钨蓝”, 使溶液呈蓝色。在有铜盐的催化下, 借助水中的溶解氧, 氧化过量的三氯化钛, 待溶液的蓝色消失后, 即以二苯胺磺酸钠为指示液, 用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



5.2.2.2 试剂和材料

a. 盐酸 (GB 622) 溶液: 1+1;

b. 硫酸 (GB 625) 溶液: 1+1;

c. 磷酸 (GB 1282) 溶液: 15+85;

- d. 硫酸铜 (GB 665) 溶液: 5g/L;
- e. 三氯化钛溶液: 量取 25mL 15% 的三氯化钛溶液, 加入 20mL 盐酸 (GB 622), 用水稀释至 100mL, 混匀, 贮于棕色瓶中, 溶液上面加一薄层液体石蜡保护, 可用 15 天左右;
- f. 钨酸钠溶液: 25g/L。称取 2.5g 钨酸钠, 溶解于 70mL 水中, 加入 7mL 磷酸 (GB 1282), 冷却后用水稀释至 100mL, 混匀, 贮于棕色瓶中;
- g. 重铬酸钾 (GB 642) 标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) = 0.015mol/L$;
- h. 二苯胺磺酸钠 (同 5.2.1.2f)。

5.2.2.3 分析步骤

称取约 0.2 ~ 0.3g 试样, 精确至 0.0001g, 置于 250mL 锥形瓶中, 加盐酸溶液 (5.2.2.2a) 10mL 硫酸溶液 (5.2.2.2b) 10mL 和钨酸钠指示液 (5.2.2.2f) 1mL。在不断摇动下, 逐滴加入三氯化钛溶液 (5.2.2.2e) 直至溶液刚好出现蓝色为止。用水冲洗锥形瓶内壁, 并稀释至约 150mL, 加入 2 滴硫酸铜溶液 (5.2.2.2d), 充分摇动, 待溶液的蓝色消失后, 加入磷酸溶液 (5.2.2.2c) 10mL 和 2 滴二苯胺磺酸钠指示液 (5.2.2.2h), 立即用重铬酸钾标准滴定溶液 (5.2.2.2g) 滴定至紫色 (30s 不褪) 即为终点。

5.2.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的全铁含量 X_2 按式 (2) 计算:

$$X_2 = \frac{V \cdot c \times 0.05585}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V —— 化学计量点时试样所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c —— 重铬酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m —— 试料的质量, g;

0.05585 —— 与 1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) = 1.000mol/L\right]$ 相当的、以克表示的铁的质量。

5.2.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

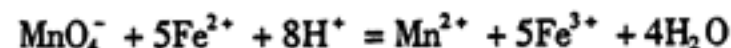
不同试验室测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

5.3 还原性物质 (以 Fe^{2+} 计) 含量的测定

5.3.1 方法提要

在酸性溶液中用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硫酸 (GB 625);

5.3.2.2 磷酸 (GB 1282);

5.3.2.3 高锰酸钾 (GB 643) 标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right) = 0.1mol/L$;

5.3.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液: 将 5.3.2.3 的高锰酸钾标准滴定溶液稀释 10 倍, 随用随配, 当天使用。

5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 微量滴定管：1mL。

5.3.4 分析步骤

称取约 5g 试样，精确至 0.001g，置于 250mL 锥形瓶中，加水 50mL，加入硫酸 (5.3.2.1) 4mL，磷酸 (5.3.2.2) 4mL，摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液 (5.3.2.4) 滴定至微红色 (30s 不褪) 即为终点，同时做空白试验。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的还原性物质 (以 Fe^{2+} 计) 含量 X_3 按式 (3) 计算：

$$X_3 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.05585}{m} \times 100 = \dots\dots\dots (3)$$

式中：V——化学计量点时试样所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液 (5.3.2.4) 的体积，mL；

V_0 ——化学计量点时空白所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液 (5.3.2.4) 的体积，mL；

c——高锰酸钾标准滴定溶液 (5.3.2.4) 的浓度，mol/L；

m——试料的质量，g；

0.05585——与 1.00mL 高锰酸钾标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) = 1.000\text{mol/L} \right]$ 相当的、以克表示的铁的质量。

5.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%；

不同试验室测定结果的绝对差值不大于 0.015%。

5.4 盐基度测定

5.4.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液，再加氟化钾掩蔽铁，然后以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 盐酸 (GB 622) 溶液：1+3；

5.4.2.2 氢氧化钠 (GB 629) 溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ ；

5.4.2.3 盐酸 (GB 622) 溶液： $(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ ；

5.4.2.4 氟化钾 (GB 1271) 溶液：500g/L。称取 500g 氟化钾，以 200mL 不含二氧化碳的蒸馏水溶解后，稀释到 1000mL 加入 2mL 酚酞指示剂并用氢氧化钠溶液 (5.4.2.2) 或盐酸溶液 (5.4.2.1) 调节溶液至微红色，滤去不溶物后贮存于塑料瓶中。

5.4.2.5 氢氧化钠 (GB 629) 标准滴定溶液： $C(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ ；

5.4.2.6 酚酞 (GB 10729) 乙醇溶液：10g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 1.5g 试样，精确至 0.001g，置于 250mL 锥形瓶中，用移液管准确加入 25.00mL 盐酸溶液 (5.4.2.3)，加 20mL 煮沸后冷却的蒸馏水，摇匀，盖上表面皿。在室温下放置 10min，再加入氟化钾溶液 (5.4.2.4) 10mL，摇匀，加 5 滴酚酞指示剂 (5.4.2.6)，立即用氢氧化钠标准滴定溶液 (5.4.2.5) 滴定至淡红色 (30s 不褪) 为终点。同时用煮沸后冷却的蒸馏水代替试样做空白试验。

5.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的盐基度 X_3 按式 (4) 计算:

$$X_3 = \frac{\frac{(V_0 - V) \cdot c \times 0.0170}{17.0}}{\frac{m \cdot X_4}{18.62}} \times 100$$
$$= \frac{(V_0 - V) \cdot c \times 0.01862}{m \cdot X_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_0 ——化学计量点时空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V ——化学计量点时试样所消耗的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浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

X_4 ——试样中三价铁的质量百分数, $X_4 = X_1 - X_3$ 或 $X_4 = X_2 - X_3$;

0.0170——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的、以克表示的羟基 (OH^-) 的质量;

18.62——铁的摩尔质量 $M\left(\frac{1}{3}\text{Fe}\right)$, g/mol。

5.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

不同试验室测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

5.5 pH 值的测定

5.5.1 试剂和材料

5.5.1.1 pH=4.00 的邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液;

5.5.1.2 pH=6.86 的磷酸二氢钾 - 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液。

5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 酸度计: 精度 0.1pH;

5.5.2.2 玻璃电极;

5.5.2.3 饱和甘汞电极;

5.5.3 测定步骤

5.5.3.1 试样溶液的制备

称取 1.0g 试样, 置于烧杯中, 用水稀释, 全部转移到 100mL 容量瓶中稀释到刻度, 摇匀。

5.5.3.2 测定

用 pH=4.00 的邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液和 pH=6.86 的磷酸二氢钾 - 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液定位后, 将试样溶液 (5.5.3.1) 倒入烧杯, 将饱和甘汞电极和玻璃电极浸入被测溶液中, 至 pH 值稳定时 (1min 内 pH 值的变化不大于 0.1) 读数。

5.6 不溶物含量的测定

5.6.1 试剂和材料

5.6.1.1 盐酸 (GB 622) 溶液: 1+49。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 电热恒温干燥箱: 温度可控制为 105~110℃;

5.6.2.2 坩埚式过滤器。

5.6.3 分析步骤

于干燥洁净的称量瓶中称取约 20g I 型试样, 或 10g II 型试样, 精确至 0.001g, 移入 250mL 烧杯中。对 I 型试样, 用水分次洗涤称量瓶, 洗液并入盛试样的烧杯中, 加水至约 100mL, 搅拌均匀; 对 II 型试样, 用盐酸溶液 (5.6.1.1) 分次洗涤称量瓶, 洗液并入盛试样的烧杯中, 加入盐酸溶液 (5.6.1.1) 至总体积约 100mL, 搅拌溶解, 在 $50 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 15min。用已于 $105 \sim 110^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的坩埚式过滤器抽滤, 用水洗涤残渣至滤液中不含氯离子 (用硝酸银溶液检查)。把坩埚放入电热恒温干燥箱内, 于 $105 \sim 110^{\circ}\text{C}$ 下烘至恒重。

5.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的不溶物质含量 X_6 按式 (5) 计算:

$$X_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——坩埚式过滤器连同残渣的质量, g;

m_2 ——坩埚式过滤器的质量, g;

m ——试料的质量, g;

5.7 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

5.7.1 方法提要

样品中砷化物在砷化钾和酸性氯化亚锡作用下, 被还原成三价砷。三价砷与锌和酸作用产生的新生态氢生成砷化氢气体。通过乙酸铅浸泡的棉花去除硫化氢的干扰, 然后与二乙基二硫代氨基甲酸银作用成棕红色的胶体溶液, 于 530nm 下测其吸光度。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 硫酸 (GB 625) 溶液: 1+9;

5.7.2.2 硫酸 (GB 625) 溶液: 1+1;

5.7.2.3 氢氧化钠 (GB 629) 溶液: 100g/L;

5.7.2.4 氯化亚锡 (GB 638) 盐酸溶液: 400g/L。称取 4g 氯化亚锡 ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 加盐酸 (GB 622) 10mL 溶解, 用水稀释至 100mL, 加入数粒金属锡粒, 贮于棕色试剂瓶中;

5.7.2.5 无砷锌粒 (GB 2304);

5.7.2.6 乙酸铅溶液: 100g/L。溶解 10g 乙酸铅 [$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] 于 100mL 水中, 并加入几滴 $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 6\text{mol/L}$ 的乙酸溶液;

5.7.2.7 乙酸铅棉花: 取脱脂棉花, 用乙酸铅溶液 (5.7.2.6) 浸泡 2h 后, 使其自然干燥或于 100°C 烘箱中烘干后, 保存于密闭的瓶中;

5.7.2.8 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺三氯甲烷溶液 (下称吸收液): 称取 0.25g 二乙基二硫代氨基甲酸银, 用少量三氯甲烷溶液, 加入 2mL 三乙醇胺, 用三氯甲烷稀释至 100mL, 静置过夜, 过滤, 贮于棕色瓶中, 置冰箱中于 4°C 下保存;

5.7.2.9 砷标准贮备液: 准确称取 0.1320g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷, 温热溶于 1.2mL 氢氧化钠溶液 (5.7.2.3) 中, 移入 1000mL 容量瓶中, 稀释至刻度。此贮备液每 1mL 含有 0.1mg 砷;

5.7.2.10 砷标准溶液: 吸取 10mL 砷标准贮备液于 100mL 容量瓶中, 加 1mL 硫酸溶液 (5.7.2.1), 加水稀释至刻度, 混匀。临用时吸取此溶液 10mL 放于 100mL 容量瓶中加水稀释至刻度, 此溶液 1mL 含有 0.001mg 砷。

5.7.3 仪器、设备

5.7.3.1 定砷器：见 GB 610.2 第 5.3 条规定；

5.7.3.2 分光光度计；

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 准确称取 I 型试样 1.000g 或 II 型试样 0.600g，精确至 0.0002g，放入定砷器的锥形瓶中，在另一定砷器的锥形瓶中，准确放入 5.00mL 砷标准溶液，分别加入 3mL 硫酸溶液 (5.7.2.2)，用水稀释至 30mL 后，加碘化钾溶液 (150g/L) 2mL，静置 2~3min，加氯化亚锡溶液 (5.7.2.4) 1.0mL，混匀，放置 15min。

5.7.4.2 于带刻度的吸收管中分别加入 5.0mL 吸收液 (5.7.2.8)，插入塞有乙酸铅棉花 (5.7.2.7) 的导气管，迅速向发生瓶中倾入预先称好的 5g 无砷锌粒 (5.7.2.5)，立即塞紧瓶塞，勿使漏气。室温下反应 1h，最后用三氯甲烷将吸收液体积补充至 5.0mL，在 1h 内于 530nm 波长下，用 1.0cm 吸收池分别测样品及标准溶液的吸光度。样品吸光度低于标准溶液吸光度为符合标准。同时，用试剂空白调零。

5.8 铅含量的测定

5.8.1 双硫脲光度法

5.8.1.1 方法提要

试样用氨水调节 pH 为 8.5~9.0，加入氰化钾掩蔽剂，用双硫脲三氯甲烷萃取和硝酸反萃取的方法去除干扰离子，最终与双硫脲生成砖红色配合物，然后测其吸光度。

5.8.1.2 试剂和材料

配制试剂和稀释用水等，均需用无铅蒸馏水。

a. 无铅蒸馏水：将水通过阳离子交换树脂以除去水中铅；

b. 铅标准贮备液：称取 0.1598g 经 110℃ 烘烤过的硝酸铅 $[Pb(NO_3)_2]$ 溶于含有 1mL 浓硝酸的水 (5.8.1.2a) 中，并用水 (5.8.1.2a) 稀释至 1000mL，此溶液 1.00mL 含 0.100mg 铅；

c. 铅标准溶液：吸取 10.00mL 铅标准贮备溶液，用水 (5.8.1.2a) 稀释至 500mL，此溶液 1mL 含 0.002mg 铅。现用现配；

d. 苯酚红 (HG 3-959) 指示液：1.0g/L 乙醇溶液，称取 0.1g 苯酚红，溶于 100mL 95% 的乙醇中；

e. 双硫脲三氯甲烷贮备液：0.1% 溶液按附录 A 制备；

f. 吸光度为 0.15 的双硫脲三氯甲烷溶液：取适量双硫脲三氯甲烷贮备液，用三氯甲烷稀释至吸光度为 0.15 (波长 510nm，1cm 比色皿)，现用现配；

g. 柠檬酸铵溶液：50% 溶液，按附录 B 制备；

h. 盐酸羟胺溶液：200g/L。称取 20g 盐酸羟胺 ($NH_2OH \cdot HCl$) 溶于水 (5.8.1.2a) 中，并稀释至 100mL，按附录 C 纯化；

i. 氰化钾溶液：100g/L。称取 10g 氰化钾 (KCN) 溶于水 (5.8.1.2a) 中，并稀释至 100mL；

注意：氰化钾为剧毒品。

j. 氨水 (GB 631) 溶液：1+1；

k. 硝酸 (GB 626) 溶液：3+97；

l. 硝酸 (GB 626) 溶液：1+9；

m. 三氯甲烷 (GB 682)；

n. 硝酸 (GB 626)。

5.8.1.3 仪器、设备

所用玻璃仪器均需用硝酸溶液 (5.8.1.2l) 浸泡过夜, 再用水洗涤。

a. 分液漏斗: 125mL;

b. 刻度比色管: 10mL, 具塞;

c. 分光光度计。

5.8.1.4 分析步骤

a. 称取 I 型试样 1.0g 或 II 型试样 0.6g, 精确至 0.001g, 放入 200mL 烧杯中, 加水 50mL, 硝酸 (5.8.1.2n) 1.0mL 于电炉上煮沸 3min, 冷却后, 放入 100mL 容量瓶中, 加水 (5.8.1.2a), 稀释至刻度。

b. 准确吸取上述溶液 50.00mL 于第一只分液漏斗 (5.8.1.3a) 中, 加入柠檬酸铵溶液 (5.8.1.2g) 10.0mL, 盐酸羟胺溶液 (5.8.1.2h) 10.0mL, 苯酚红指示液 (5.8.1.2d) 3 滴, 摇匀, 用氨水溶液 (5.8.2.1j) 调至 $\text{pH} = 8.5 \sim 9.0$, 加入氰化钾溶液 (5.8.1.2i) 4.0mL, 摇匀, 加双硫脲三氯甲烷溶液 (5.8.1.2f) 10.0mL, 振摇 1min, 静置分层; 将三氯甲烷层放入第二只分液漏斗中, 再向第一只分液漏斗中加入 10.0mL 双硫脲三氯甲烷溶液 (5.8.1.2f) 振摇 1min, 静置分层, 三氯甲烷层再并入第二只分液漏斗中, 在第二只分液漏斗中加入 30.0mL 硝酸溶液 (5.8.1.2k) 振摇 1min, 静置分层, 弃去三氯甲烷层, 加水 (5.8.1.2a) 20mL, 摇匀, 加柠檬酸铵溶液 (5.8.1.2g) 10.0mL, 盐酸羟胺溶液 (5.8.1.2h) 10.0mL, 苯酚红指示液 (5.8.1.2d) 1 滴, 摇匀, 加氨水溶液 (5.8.1.2j) 2.0mL, 加氰化钾溶液 (5.8.1.2i) 1.0mL, 摇匀; 加双硫脲三氯甲烷溶液 (5.8.1.2f) 10.0mL, 振摇 1min, 静置分层, 在分液漏斗颈内塞入少量脱脂棉, 将三氯甲烷层放入干燥的比色管中, 用吸光度 0.15 的双硫脲三氯甲烷溶液 (5.8.1.2f) 稀释至刻度。

c. 另取分液漏斗 (5.8.1.3a) 一只, 加入铅标准溶液 (5.8.1.2c) 2.5mL, 加入柠檬酸铵溶液 (5.8.1.2g) 10.0mL, 盐酸羟胺溶液 (5.8.1.2h) 2.0mL, 苯酚红指示液 (5.8.1.2d) 1 滴, 摇匀, 用氨水溶液 (5.8.1.2j) 调至 $\text{pH} = 8.5 \sim 9.0$, 加氰化钾溶液 (5.8.1.2i) 4.0mL, 摇匀。加双硫脲三氯甲烷溶液 (5.8.1.2f) 10.0mL, 振摇 1min, 静置分层; 在分液漏斗颈内塞入少量脱脂棉, 将三氯甲烷层放入干燥的比色管 (5.8.1.3b) 中, 用吸光度 0.15 的三氯甲烷溶液 (5.8.1.2f) 稀释至刻度。

d. 于 510nm 波长下, 用 1.0cm 吸收池, 以双硫脲三氯甲烷溶液 (5.8.1.2f) 调零点, 测定试样和标准样的吸光度。试样吸光度低于标准样吸光度为符合标准。试验含氰废液按附录 E 处理后排放。

5.8.2 原子吸收光谱法 (仲裁法)

5.8.2.1 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, 然后用原子吸收光谱法测定铅含量。

5.8.2.2 试剂和材料

a. 硝酸 (GB 626) 溶液: 优级纯, 1+1;

b. 硝酸 (GB 626) 溶液: 优级纯, 1+199;

c. 过氧化氢 (GB 684): 优级纯;

d. 铅标准溶液: 1mL 溶液含有 0.1mgPb, 按 GB 602 配制;

e. 铅标准溶液: 1mL 溶液含有 0.0010mgPb。用移液管移取 5.0mL 铅标准溶液

(5.8.2.2d), 置于 500mL 容量瓶中, 加入硝酸溶液 (5.8.2.2b) 至刻度, 摇匀。此溶液现用现配。

5.8.2.3 仪器、设备

所用玻璃仪器需经硝酸溶液 (5.8.2.2a) 清洗, 再用水 (5.8.1.2a) 清洗。

a. 氩气钢瓶:

b. 原子吸收光谱仪: 带有石墨炉控制装置, 铅空心阴极灯, 氘灯或塞曼背景扣除装置, 200 μ L 微量定量取样器

原子化参数以表 2 为参考。

表 2

	干燥	灰化	原子化	清除
温度, C	200	600	2300	2500
斜坡升温, s	20	10	1	1
保持, s	10	20	5	2
氩气流量, mL/min	300	300	50	300

5.8.2.4 分析步骤

a. 工作曲线的绘制

用移液管分别移取 0.0、1.0、3.0、5.0、7.0、9.0mL 铅标准溶液 (5.8.2.2e), 置于六个 100mL 容量瓶中, 加硝酸溶液 (5.8.2.2b) 至刻度, 摇匀。

按仪器说明书, 把原子吸收光谱仪的各种条件调至最佳状态。用试剂空白调零后, 分别测定每个标准溶液的吸光度。以铅含量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

b. 测定

称取约 3g 试样, 精确至 0.01g, 转移至 1000mL 容量瓶中, 加水稀至刻度, 摇匀。

用移液管准确移取 50.00mL 上述溶液, 置于 250mL 烧杯中, 加水至 100mL, 小心加入 2.0mL 过氧化氢 (5.8.2.2c) 和 2.0mL 硝酸溶液 (5.8.2.2a), 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, 加水至刻度, 摇匀。用与测定标准溶液相同的工作条件测定其吸光度, 同时做试剂空白试验。

5.8.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅含量 (X_7) 按式 (6) 计算:

$$X_7 = \frac{2(m_1 - m_0)}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度, 从工作曲线上查得的铅质量, mg;;
 m_0 ——根据测定的试剂空白溶液的吸光度, 从工作曲线上查出的铅质量, mg;
 m ——试料的质量, g。

5.8.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.0003%。

6 检验规则

6.1 聚合硫酸铁应由生产厂的质量检验部门按照本标准规定的试验方法和检验规则对产品质量进行检验, 生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.2 每批出厂的产品都应附有质量说明书，内容包括：生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明书及本标准编号。

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质量检验，核实其质量是否符合本标准的要求。

6.4 I型产品每一贮罐为一批，每批不少于10t。II型产品每批不少于10t。

6.5 I型产品采样时，用玻璃管或塑料管插入贮罐中深度2/3处取出样品，取出样品不得少于500mL，分别装入两个清洁、干燥的瓶中，密封瓶口，并在瓶上贴标签，注明生产厂名称、产品名称、产品批号、采样日期，一瓶供检验用，另一瓶保存六个月备查。

6.6 II型产品采样时，按GB 6678第6.6条规定，确定采样单元数。采样时扒开表面厚约5cm的试样，将采样器自包装单元的中心直插至料层深度的3/4处采样。将所采样品在封闭的容器中混匀后取出平均样不得少于500g。将采出的样品分装两个清洁干燥带磨口塞的试剂瓶中密封。并在试剂瓶上粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、产品批号、产品型号、采样日期，一瓶供检验用，另一瓶保存六个月备查。

6.7 如果检验结果中有一项不符合本标准的要求时，应加倍抽取样品重新检验，检验结果有一项不符合本标准的要求时，整批产品拒收。

6.8 当供需双方因产品质量发生异议时，可按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6.9 采用GB 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 聚合硫酸铁I型产品的包装用玻璃钢槽车或食品级聚乙烯塑料桶包装。桶包装时加内盖密封，每桶净重25kg；槽车用橡胶垫密封。

7.2 聚合硫酸铁II型产品采用双层包装。内包装采用食品级聚乙烯薄膜袋，规格尺寸为800mm×500mm，厚度为0.08mm，或600mm×400mm，厚度为0.08mm；外包装采用塑料编织袋，规格尺寸为700mm×450mm或500mm×350mm，其性能和检验方法应符合GB 8946 B型的规定。聚合硫酸铁II型产品每袋净重25kg。

7.3 聚合硫酸铁II型产品的包装，内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口，或用与其相当的其他方式封口；外袋在距袋边不小于30mm处折边，在距袋边不小于15mm处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距7~12mm，缝线整齐，针距均匀，无漏缝和跳线现象。

7.4 聚合硫酸铁的包装上应附有产品合格证书，其内容包括：产品名称、生产厂名称、指标、批号、净重、生产日期及本标准编号。

7.5 聚合硫酸铁具有腐蚀性，包装容器上应涂刷GB 190中规定的腐蚀性物品标志以及怕热标志，I型产品采用GB 191中规定的向上标志。

7.6 贮存时不要暴晒，贮存温度不低于-20℃，有效贮存期半年。运输时应避免撞击及有毒物品污染。

8 安全要求

聚合硫酸铁产品具有一定的腐蚀性和刺激性，操作人员进行作业时，应戴防护用具以避免身体直接接触。

附录 A

0.1%双硫脲三氯甲烷溶液的配制方法 (补充件)

称取 0.05g 双硫脲，精确至 0.01g，溶于 50mL 三氯甲烷中，每次用 20mL 氨水 (1+9) 溶液提取双硫脲数次，合并提取液于分液漏斗中，每次用 10mL 三氯甲烷洗涤提取液两次后，加入 100mL 三氯甲烷，用硫酸 (1+9) 溶液将其调至酸性后进行萃取，此时双硫脲重新溶于三氯甲烷中，静置分层，取出三氯甲烷层，置于棕色瓶中，保存于冰箱中。

附录 B

50%柠檬酸铵溶液的配制方法 (补充件)

称取 50.0g 柠檬酸铵 $[(\text{NH}_4)_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7]$ ，加水使之溶解，并稀释至 100mL，加入 5 滴酚红指示液，摇匀，再滴加浓氨水至玫瑰红色，将溶液移入分液漏斗中，每次用 5mL 双硫脲三氯甲烷溶液萃取，至有机相呈绿色为止，弃去有机相，每次用 10mL 三氯甲烷萃取，除去水中残留的双硫脲，直至三氯甲烷无色为止，弃去有机相，将水相经脱脂棉滤入试剂瓶中。

附录 C

20%盐酸羟胺溶液的配制方法 (补充件)

称取 20g 盐酸羟胺 ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)，溶于水中，并稀释至 100mL，以下按附录 B，从“加入 5 滴酚红指示液……”进行配制。

附录 D

含氟废液的处理 (补充件)

将废液收集于 500mL 烧杯中，加入 10g 氯化铁，搅拌充分反应后排放。所用药剂为工业级。

附 录 E

含氟废液的处理 (补充件)

将废液收集于 500mL 烧杯中，加入漂粉精，边加边搅拌，直至不再有气泡发生为止。
所有药剂为工业级。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、南京油脂化工厂、石狮市海峡经济技术研究所负责起草。

本标准主要起草人邵维仁、朱传俊、胡文启、吕德荣、时鸣华。