

ICS 71.100.80  
CCS G 77

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4538—2022

代替 HG/T 4538—2013

---

### 水处理剂 氯化亚铁

Water treatment chemicals—Ferrous chloride

2022-09-30 发布

2023-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 分子式和相对分子质量 .....	2
5 要求 .....	2
6 试验方法 .....	3
6.1 通则 .....	3
6.2 氯化亚铁含量的测定 .....	3
6.3 酸不溶物含量的测定 .....	4
6.4 硫酸盐 ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 含量的测定 .....	4
6.5 游离酸含量的测定 .....	6
6.6 氨氮的测定 .....	7
6.7 铁 (III) 含量的测定 .....	8
6.8 砷含量的测定 .....	9
6.9 铅含量的测定 .....	9
6.10 汞含量的测定 .....	11
6.11 镉含量的测定 .....	13
6.12 铬含量的测定 .....	16
6.13 锌含量的测定 .....	17
6.14 铜含量的测定 .....	18
6.15 镍含量的测定 .....	18
6.16 总有机碳 (TOC) 含量的测定 .....	18
7 检验规则 .....	19
8 标志、包装、运输和贮存 .....	20



## 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 4538—2013《水处理剂 氯化亚铁》，与 HG/T 4538—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 应用范围增加了“工业用水”（见第1章，2013年版的第1章）；
- b) 增加了原料要求（见5.2）；
- c) 更改了水处理剂氯化亚铁的部分指标（见表1，2013年版的表1）；
- d) 增加了游离酸、氨氮、铜、镍和总有机碳（TOC）指标（见表1）；
- e) 增加了游离酸含量的测定方法（见6.5）；
- f) 增加了氨氮的测定方法（见6.6）；
- g) 删除了砷含量的测定“砷斑法”（见2013年版的5.6）；
- h) 增加了原子荧光光谱法测定砷含量（见6.8）；
- i) 增加了电加热式原子吸收光谱法测定铅含量并作为仲裁法（见6.9.1）；
- j) 更改了火焰原子吸收光谱法测定铅含量的方法（见6.9.2，2013年版的5.7）；
- k) 增加了原子荧光光谱法测定汞含量并作为仲裁法（见6.10.1）；
- l) 增加了电加热式原子吸收光谱法测定镉含量并作为仲裁法（见6.11.1）；
- m) 更改了火焰原子吸收光谱法测定镉含量的方法（见6.11.2，2013年版的5.9）；
- n) 增加了铜含量的测定方法（见6.14）；
- o) 增加了镍含量的测定方法（见6.15）；
- p) 增加了总有机碳（TOC）含量的测定方法（见6.16）。

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水处理剂分技术委员会（SAC/TC63/SC5）归口。

本文件起草单位：同济大学、斯瑞尔环境科技股份有限公司、衡阳市建衡实业有限公司、嘉善绿野环保材料厂（普通合伙）、深圳市长隆科技有限公司、重庆盛清水处理科技有限公司、常州清流环保科技有限公司、四川华石环保科技有限公司、张家港高奇化工生物有限公司、上海恒钛环保科技有限公司、浙江绿野净水剂科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：李风亭、杨柳荫、何青峰、俞明华、李中和、邹宏、韩晓刚、周涌、李龙、汪志恩、俞佳情、王妍、邵宏谦。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2013年首次发布为 HG/T 4538—2013；

——本次为第一次修订。

# 水处理剂 氯化亚铁

**警告：**水处理剂氯化亚铁具有腐蚀性，操作人员进行作业时，应佩戴防护用具，避免与人体直接接触。如不慎接触，应立即用大量水冲洗，严重时立即就医。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

本文件规定了水处理剂氯化亚铁的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。  
本文件适用于水处理剂氯化亚铁。

注：该产品主要用于工业用水、废水和污水处理，不适用于生产饮用水用铁系产品。

## 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 320 工业用合成盐酸
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8946—2013 塑料编织袋通用技术要求
- GB/T 33086 水处理剂 砷和汞含量的测定 原子荧光光谱法
- HG/T 5747—2020 水处理剂 镍、锰、铜、锌含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-OES) 法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分子式和相对分子质量

分子式:	$\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (固体)	$\text{FeCl}_2$ (液体)
相对分子质量:	198.81	126.75
	(按 2018 年国际相对原子质量)	(按 2018 年国际相对原子质量)

## 5 要求

5.1 外观：固体为蓝绿色或淡黄绿色晶体；液体为绿色或黄绿色液体。

5.2 原料要求：盐酸应采用符合 GB/T 320 的工业用合成盐酸；含铁原料应符合相应的国家或行业标准要求，取得相关行政主管部门的批复且满足国家相关法律法规的要求。

5.3 水处理剂氯化亚铁按相应的试验方法测定应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标		试验方法
	固 体	液 体	
氯化亚铁（以 $\text{FeCl}_2$ 计）的质量分数/%	$\geq$ 60.2	22.7	6.2
酸不溶物的质量分数/%	$\leq$ 0.50	0.20	6.3
硫酸盐（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）的质量分数/%	$\leq$ 0.5	0.5	6.4
游离酸（以 HCl 计）的质量分数/%	$\leq$ 0.5	3.0 <sup>a</sup>	6.5
氨氮（以 N 计）的质量分数/%	$\leq$ 0.01	0.05	6.6
铁（Fe）（Ⅲ）的质量分数/%	$\leq$ 0.60	0.40	6.7
砷（As）的质量分数/%	$\leq$ 0.000 5		6.8
铅（Pb）的质量分数/%	$\leq$ 0.002		6.9
汞（Hg）的质量分数/%	$\leq$ 0.000 02		6.10
镉（Cd）的质量分数/%	$\leq$ 0.000 5		6.11
铬（Cr）的质量分数/%	$\leq$ 0.005		6.12
锌（Zn）的质量分数/%	$\leq$ 0.05		6.13
铜（Cu）的质量分数/%	$\leq$ 0.01		6.14
镍（Ni）的质量分数/%	$\leq$ 0.005		6.15
总有机碳（TOC）/(mg/L)	$\leq$ 400		6.16

<sup>a</sup> 或根据供需协商，特殊要求的可以不大于 5%。

## 6 试验方法

**警告：**本文件所使用的强酸、强碱具有腐蚀性，使用时避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗，严重时应立即就医。

### 6.1 通则

本文件所用试剂，除非另有规定，应使用分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

### 6.2 氯化亚铁含量的测定

#### 6.2.1 方法提要

在硫酸和磷酸介质中，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定二价铁。

#### 6.2.2 试剂或材料

6.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.2.2.2 硫磷混合酸。

在 700 mL 水中缓慢加入 150 mL 硫酸、150 mL 磷酸，同时不断搅拌，混匀。

6.2.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.2.2.4 二苯胺磺酸钠指示液：5 g/L。

#### 6.2.3 分析步骤

称取约 2 g 固体试样或 4 g 液体试样（精确至 0.2 mg），置于 50 mL 小烧杯中。加入 4 mL 盐酸溶液，加水溶解。转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试液 A。

移取 25.00 mL 试液 A，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 硫磷混合酸、60 mL 水和 2 滴~3 滴二苯胺磺酸钠指示液，以重铬酸钾标准滴定溶液滴定至蓝紫色。

#### 6.2.4 结果计算

氯化亚铁（以  $\text{FeCl}_2$  计）含量以质量分数（ $w_1$ ）计，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m(V_1/V_A)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V$ ——滴定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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——氯化亚铁（ $\text{FeCl}_2$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=126.75$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

$V_1$ ——移取试液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=25$ ）；

$V_A$ ——试液 A 的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_A=250$ ）。

### 6.2.5 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0.3%。

## 6.3 酸不溶物含量的测定

### 6.3.1 试剂或材料

盐酸溶液：1+49。

### 6.3.2 仪器设备

6.3.2.1 电热恒温干燥箱：温度可控制为105℃±2℃。

6.3.2.2 玻璃砂坩埚：滤板孔径为5μm~15μm。

### 6.3.3 分析步骤

称取约10g固体试样或20g液体试样（精确至0.01g），置于250mL烧杯中。加盐酸溶液至约100mL，充分搅拌。用已在105℃±2℃下干燥至恒量的玻璃砂坩埚过滤，用盐酸溶液洗涤5次~8次（每次约5mL），再用水洗涤5次~8次（每次约5mL）。滤液移入250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此为试液B。

将坩埚和残渣放入电热恒温干燥箱内，在105℃±2℃下干燥至恒量。

### 6.3.4 结果计算

酸不溶物的质量分数 $w_2$ ，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_2$ ——玻璃砂坩埚连同残渣的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$ ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

### 6.3.5 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0.1%。

## 6.4 硫酸盐（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）含量的测定

### 6.4.1 重量法（仲裁法）

#### 6.4.1.1 方法提要

试样溶解后加入氯化钡溶液生成沉淀，分离出沉淀，干燥至恒量，称重。

#### 6.4.1.2 仪器设备

马弗炉：温度可控制在800℃±50℃。

#### 6.4.1.3 试剂或材料

6.4.1.3.1 盐酸溶液：1+1。



6.4.1.3.2 氯化钡溶液：250 g/L。

6.4.1.3.3 硝酸银溶液：17 g/L。

#### 6.4.1.4 分析步骤

称取约 20 g 试样（精确至 0.01 g），加入约 50 mL 水溶解。用慢速定量滤纸过滤，滤纸用水洗涤 3 次，每次 30 mL。滤液中加入 10 mL 盐酸溶液，煮沸。趁热加入 5 mL 煮沸的氯化钡溶液，静置过夜。用慢速定量滤纸过滤，洗涤至无氯离子为止（用硝酸银溶液检验）。将滤纸与沉淀置于已预先于 800 °C ± 50 °C 下恒量的坩埚内，于电炉上灰化。移入马弗炉中，于 800 °C ± 50 °C 灼烧至恒量。

#### 6.4.1.5 结果计算

硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）含量以质量分数（ $w_3$ ）计，数值以 % 表示，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0)M_1/M_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_1$ ——硫酸钡沉淀和坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_0$ ——坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$M_1$ ——硫酸根（ $\text{SO}_4^{2-}$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1 = 96.06$ ）；

$M_2$ ——硫酸钡（ $\text{BaSO}_4$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2 = 233.39$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

#### 6.4.1.6 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 0.02%。

### 6.4.2 硫酸根测定仪法

#### 6.4.2.1 方法提要

试样中硫酸根与氯化钡定量反应生成硫酸钡沉淀，采用硫酸根测定仪得出试样中硫酸根的量。

#### 6.4.2.2 试剂或材料

6.4.2.2.1 氯化钡溶液：250 g/L。

6.4.2.2.2 盐酸溶液：1+1。

#### 6.4.2.3 仪器设备

硫酸根测定仪。

#### 6.4.2.4 分析步骤

液体氯化亚铁：准确移取 20.0 mL 样品于离心管内，称量所移取样品的质量（精确至 0.001 g）。加入 5 mL 盐酸溶液，振摇。再加入 5 mL 氯化钡溶液，盖上盖子，摇匀。

固体氯化亚铁：将样品混合均匀后，称取约 20 g 样品（精确至 0.001 g），置于小烧杯中，加入 25 mL 盐酸溶液，溶解（若溶液浑浊，可以适当加热）后，转移至 100 mL 容量瓶中，摇匀。准确移取 20.0 mL 样品于离心管内，加入 5 mL 盐酸溶液，振摇。再加入 5 mL 氯化钡溶液，盖上盖子，摇匀。

分别将装有样品的离心管、离心管盖及单边铁筒一起称重，可向离心管内加水，使左右两边的总重在离心时相等，保持平衡。

将离心管放入离心机内，调节转速至 1500 r/min、时间为 4 min。按“启动”键，仪器开始工作。如中途需要停止，直接按“停止”键。

当仪器发出蜂鸣声时，取出离心管，读出硫酸根的质量浓度。

#### 6.4.2.5 结果计算

6.4.2.5.1 液体氯化亚铁中硫酸根含量以质量分数 ( $w_3$ ) 计，数值以%表示，按公式 (4) 计算：

$$w_3 = \frac{\rho V \times 10^{-3}}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho$ ——从硫酸根测定仪读出的硫酸根的质量浓度的数值，单位为克每升 (g/L)；

$V$ ——向离心管内移取的样品的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V=20$ )；

$m_1$ ——向离心管内移取的样品的质量的数值，单位为克 (g)。

6.4.2.5.2 固体氯化亚铁中硫酸根含量以质量分数 ( $w_3$ ) 计，数值以%表示，按公式 (5) 计算：

$$w_3 = \frac{\rho V \times 10^{-3}}{m_2 (V/V_0)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$\rho$ ——从硫酸根测定仪读出的硫酸根的质量浓度的数值，单位为克每升 (g/L)；

$V$ ——向离心管内移取的样品的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V=20$ )；

$m_2$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

$V_0$ ——样品溶解后所得溶液的总体的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_0=100$ )。

#### 6.4.2.6 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 0.02%。

### 6.5 游离酸含量的测定

#### 6.5.1 方法提要

试样加入联合沉淀剂沉淀、过滤后，以甲基红-亚甲基蓝为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定游离酸。

#### 6.5.2 试剂或材料

##### 6.5.2.1 联合沉淀剂。

称取 150 g 亚铁氰化钾、50 g 草酸钾，加水溶解至 1 L，摇匀。使用前用盐酸溶液 (1+10) 调节 pH 为 5.40。

该溶液现用现配。

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

##### 6.5.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

#### 6.5.3 分析步骤

称取约 2 g 固体试样或约 1 g 液体试样 (精确至 0.2 mg)，置于烧杯中，加水溶解后，转移至

100 mL 容量瓶中。加入约 50 mL 水、6 mL 联合沉淀剂，加水稀释至刻度，摇匀。用双层慢速定量滤纸干过滤。移取 10.00 mL 滤液，加入 25 mL 水，再加入 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红色消失为终点，记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

同时做空白试验。

#### 6.5.4 结果计算

游离酸（以 HCl 计）含量以质量分数（ $w_4$ ）计，数值以 % 表示，按公式（6）计算：

$$w_4 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m(V_1/V_0)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- $V$ ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- $V_0$ ——空白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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- $M$ ——游离酸（HCl）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=36.46$ ）；
- $m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；
- $V_1$ ——移取滤液的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=10$ ）；
- $V_0$ ——试样溶解所得溶液的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_0=100$ ）。

#### 6.5.5 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 0.05%。

### 6.6 氨氮的测定

#### 6.6.1 方法提要

试样加入过量氢氧化钠溶液，采用蒸馏法将氨蒸出并吸收在过量硼酸溶液中，以甲基红-亚甲基蓝为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定馏出液中的氨氮（以 N 计）。

#### 6.6.2 试剂或材料

##### 6.6.2.1 无氨的水。

##### 6.6.2.2 硼酸溶液：20 g/L。

称取 20 g 硼酸，溶于水，加水稀释至 1000 mL。

##### 6.6.2.3 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。

##### 6.6.2.4 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

##### 6.6.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

#### 6.6.3 仪器设备

氨氮蒸馏装置：由 500 mL 凯氏烧瓶或蒸馏烧瓶、氮球、冷凝管、导管和吸收瓶组成，冷凝管末端可连接一段适当长度的滴管，使出口尖端浸入吸收液液面下。也可使用其他具有相同蒸馏能力的定氮蒸馏仪器。

#### 6.6.4 分析步骤

##### 6.6.4.1 蒸馏

在接收瓶中加入 50 mL 硼酸溶液，确保冷凝管出口在硼酸溶液液面以下。

称取 2 g~3 g 试样（精确至 0.2 mg），置于蒸馏瓶内，加入数粒玻璃珠和约 250 mL 无氨的水，再加入 10 mL 氢氧化钠溶液，立即将蒸馏瓶连接于蒸馏装置上，套紧。

按照氨氮蒸馏仪器的说明书设置测定参数，加热蒸馏。蒸馏出至少 200 mL 馏出液后，用 pH 试纸检查液滴，若不呈碱性则停止蒸馏。用少量无氨的水冲洗导流管的下端，取下吸收瓶。

注：使用定氮蒸馏仪测定时，蒸馏瓶内的加水量和所需的氢氧化钠溶液浓度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。

##### 6.6.4.2 测定

将全部馏出液转移至锥形瓶中，加入 2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定，至馏出液由绿色变成淡紫红色为终点，记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积。

同时做空白试验。

##### 6.6.5 结果计算

氨氮（以 N 计）含量以质量分数（ $w_5$ ）计，数值以 % 表示，按公式（7）计算：

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$V$ ——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——空白消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，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）（ $M=14.01$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

##### 6.6.6 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 0.002%。

#### 6.7 铁（Ⅲ）含量的测定

##### 6.7.1 方法提要

氯化亚铁中的三价铁离子在酸性条件下与水杨酸反应呈紫红色，与标准所呈紫红色进行限量比色。

##### 6.7.2 试剂或材料

###### 6.7.2.1 无氧的水。

###### 6.7.2.2 硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 1 \text{ mol/L}$ 。

量取 3 mL 硫酸，缓缓注入 100 mL 水中，冷却，摇匀。

###### 6.7.2.3 饱和水杨酸溶液。

6.7.2.4 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁 (Fe) (Ⅲ) 0.1 mg。

### 6.7.3 分析步骤

称取 (1.00±0.01) g 试样，溶于 100 mL 无氧的水中。量取 20 mL 于比色管中，立即加入 1 mL 硫酸溶液、30 mL 无氧的水和 2 mL 饱和水杨酸溶液，摇匀。所呈紫红色不得深于标准所呈紫红色。

标准是取铁标准溶液适量，与试样溶液同时同样处理。

## 6.8 砷含量的测定

称取约 2 g 试样 (精确至 0.2 mg)，置于 100 mL 烧杯中。加入 4 mL 硝酸溶液 (1+1)，盖上表面皿，加热至近干。加入 1 mL 盐酸，加热至黄烟冒尽。冷却至室温后，转移至 100 mL 容量瓶中，分别加入 5 mL 盐酸、10 mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 30 min 后，按 GB/T 33086 的规定执行。

## 6.9 铅含量的测定

### 6.9.1 电加热式原子吸收光谱法 (仲裁法)

#### 6.9.1.1 方法提要

采用电加热式原子吸收光谱法，于波长 283.3 nm 处测定吸光度，求出铅含量。

#### 6.9.1.2 试剂或材料

6.9.1.2.1 水：GB/T 6682—2008，二级水。

6.9.1.2.2 硝酸：优级纯。

6.9.1.2.3 硝酸溶液：1+1。

6.9.1.2.4 硝酸溶液：1+4。

6.9.1.2.5 铅标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

6.9.1.2.6 铅标准溶液：0.001 mg/mL。

移取 5.00 mL 铅标准贮备溶液，置于 500 mL 容量瓶中，加入 20 mL 硝酸溶液 (1+99)，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 6.9.1.3 仪器设备

6.9.1.3.1 原子吸收光谱仪：配有铅空心阴极灯。

6.9.1.3.2 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。

6.9.1.3.3 电加热式原子吸收分析装置：带电加热方式，可进行反向接地补偿。

6.9.1.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

#### 6.9.1.4 分析步骤

##### 6.9.1.4.1 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 24 h，然后用水冲洗干净，备用。

#### 6.9.1.4.2 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL (空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 硝酸溶液 (1+1)，用水稀释至刻度，摇匀。此系列校准溶液中铅的质量浓度分别是 0 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、60 μg/L。

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，于波长 283.3 nm 处测定各溶液的吸光度。

以铅的质量浓度 (μg/L) 为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

#### 6.9.1.4.3 测定

移取 2.50 mL 试液 B，置于 100 mL 烧杯中，加入 4.0 mL 硝酸溶液 (1+1)，盖上表面皿，加热煮沸 1 min。冷却至室温，将溶液完全转移至 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

按 6.9.1.4.2 相同的仪器条件测其吸光度，从校准曲线查得或由回归方程计算出铅的质量浓度。

#### 6.9.1.5 结果计算

铅含量以质量分数 ( $w_6$ ) 计，数值以 % 表示，按公式 (8) 计算：

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m(V_1/V_B)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$\rho$ ——从校准曲线查得或由回归方程计算出的铅的质量浓度的数值，单位为微克每升 (μg/L)；

$V$ ——测定时试样溶液的总体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V=50$ )；

$m$ ——试料 (6.3.3) 的质量的数值，单位为克 (g)；

$V_1$ ——移取试液 B 的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_1=2.5$ )；

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

#### 6.9.1.6 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%。

### 6.9.2 火焰原子吸收光谱法

#### 6.9.2.1 方法提要

在酸性介质中加入适量的碘化钾，试液中的  $Pb^{2+}$  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，用火焰原子吸收光谱法测定铅含量。

#### 6.9.2.2 试剂或材料

6.9.2.2.1 水：GB/T 6682—2008，二级水。

6.9.2.2.2 盐酸：优级纯。

6.9.2.2.3 硝酸：优级纯。

6.9.2.2.4 4-甲基-2-戊酮 (MIBK)。

6.9.2.2.5 盐酸溶液：1+1。

6.9.2.2.6 硝酸溶液：1+1。

6.9.2.2.7 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，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

**6.9.2.2.8 铅标准贮备溶液：**1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.1 mg。

**6.9.2.2.9 铅标准溶液：**1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.01 mg。

移取 10.00 mL 铅标准贮备溶液，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 铅空心阴极灯。**

### 6.9.2.4 分析步骤

#### 6.9.2.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL (空白)、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL 铅标准溶液于 4 个 100 mL 烧杯中，加入 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。冷却至室温后，全部转移至 125 mL 分液漏斗中，加入 20 mL 抗坏血酸-碘化钾溶液、10 mL 4-甲基-2-戊酮 (MI-BK)，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。此系列校准溶液中铅的质量浓度分别是 0.0 mg/L、1.5 mg/L、3.0 mg/L、4.5 mg/L。

在仪器的最佳工作条件下，于波长 217.0 nm 处，以试剂空白调零，测定各溶液的吸光度。

以铅的质量浓度 (mg/L) 为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

#### 6.9.2.4.2 测定

称取约 1 g 固体试样或约 2 g 液体试样 (精确至 0.2 mg)，置于 100 mL 烧杯中，以下按 6.9.2.4.1 的步骤操作，测其吸光度，从校准曲线查得或由回归方程计算出铅的质量浓度。

### 6.9.2.5 结果计算

铅含量以质量分数 ( $w_6$ ) 计，数值以 % 表示，按公式 (9) 计算：

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

式中：

$\rho$ ——从校准曲线查得或由回归方程计算出的铅的质量浓度的数值，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) ( $V=10$ )；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

### 6.9.2.6 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 05%。

## 6.10 汞含量的测定

### 6.10.1 原子荧光光谱法 (仲裁法)

称取约 2 g 试样 (精确至 0.2 mg)，置于 100 mL 烧杯中。加入 4 mL 硝酸溶液 (1+1)，盖上表

面皿，加热至近干。加入 1 mL 盐酸，加热至黄烟冒尽。冷却至室温后，转移至 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。按 GB/T 33086 的规定执行。

## 6.10.2 冷原子吸收光谱法

### 6.10.2.1 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，用冷原子吸收光谱法测定汞。

### 6.10.2.2 试剂或材料

6.10.2.2.1 水：GB/T 6682—2008，二级水。

6.10.2.2.2 硫酸：优级纯。

6.10.2.2.3 盐酸：优级纯。

6.10.2.2.4 高锰酸钾：优级纯。

6.10.2.2.5 过氧化氢：优级纯。

6.10.2.2.6 硫酸溶液：1+1。

6.10.2.2.7 盐酸溶液：1+1。

6.10.2.2.8 硫酸-硝酸混合液。

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

6.10.2.2.9 高锰酸钾溶液：10 g/L。

6.10.2.2.10 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

6.10.2.2.11 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，搅拌使其溶解，稀释至 100 mL，混匀。

6.10.2.2.12 汞标准溶液：1 mL 含汞（Hg）0.000 1 mg。

将按 GB/T 602 配制的汞标准溶液用水逐级稀释至 10 000 倍。

该溶液现用现配。

### 6.10.2.3 仪器设备

6.10.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

6.10.2.3.2 汞空心阴极灯。

### 6.10.2.4 分析步骤

#### 6.10.2.4.1 校准曲线的绘制

分别移取汞标准溶液 0.00 mL（空白）、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 于 7 个 50 mL 容量瓶中，加水至 40 mL。加入 3 mL 硫酸-硝酸混合液、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。此系列校准溶液中汞的质量分别是 0.000 0 mg、0.000 1 mg、0.000 2 mg、0.000 3 mg、0.000 4 mg、0.000 5 mg、



0.000 6 mg。

于波长 253.7 nm 处，用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，测定以氯化亚锡溶液还原后各溶液所产生的汞蒸气的吸光度。也可采用氢化物还原的冷原子吸收法，按照仪器操作条件测定汞蒸气的吸光度。

以汞的质量 (mg) 为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

#### 6.10.2.4.2 测定

称取约 5 g 试样 (精确至 0.2 mg)，加水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

移取 10.0 mL 试验溶液，置于 50 mL 烧杯中，小心加入 20 mL 水、2.0 mL 过氧化氢、2.0 mL 硝酸溶液，加热至无红棕色气体逸出。冷却，加入 3 mL 硫酸-硝酸混合液，蒸发至溶液体积约为 10 mL。冷却至室温，将溶液完全转移至 50 mL 容量瓶中，以下按 6.10.2.4.1 中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作，测定还原后试样溶液所产生的汞蒸气的吸光度。

#### 6.10.2.5 结果计算

汞含量以质量分数  $w_7$  计，数值以 % 表示，按公式 (10) 计算：

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m(V/V_0)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中：

$m_1$ ——从校准曲线查得或由回归方程计算出的汞的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

$V$ ——移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V=10$ )；

$V_0$ ——试验溶液的总体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_0=100$ )。

#### 6.10.2.6 允许差

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 0.000 005 %。

### 6.11 镉含量的测定

#### 6.11.1 电加热式原子吸收光谱法 (仲裁法)

##### 6.11.1.1 方法提要

采用电加热式原子吸收光谱法，于波长 228.8 nm 处测定吸光度，求出镉含量。

##### 6.11.1.2 试剂或材料

6.11.1.2.1 水：GB/T 6682—2008，二级水。

6.11.1.2.2 硝酸：优级纯。

6.11.1.2.3 硝酸溶液：1+1。

6.11.1.2.4 硝酸溶液：1+4。

6.11.1.2.5 镉标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

6.11.1.2.6 镉标准溶液：0.1  $\mu$ g/mL。

移取 10.00 mL 镉标准贮备溶液，置于 1000 mL 容量瓶中，加入 20 mL 硝酸溶液 (1+1)，用水稀释至刻度，摇匀。再移取 10.00 mL 该溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸溶液 (1+1)，用

水稀释至刻度，摇匀。

该溶液现用现配。

### 6.11.1.3 仪器设备

6.11.1.3.1 原子吸收光谱仪：配有镉空心阴极灯。

6.11.1.3.2 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。

6.11.1.3.3 电加热式原子吸收分析装置：带电加热方式，可进行反向接地补偿。

6.11.1.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

### 6.11.1.4 分析步骤

#### 6.11.1.4.1 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 24 h，然后用水冲洗干净，备用。

#### 6.11.1.4.2 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL（空白）、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 镉标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 硝酸溶液（1+1），用水稀释至刻度，摇匀。此系列校准溶液中镉的质量浓度分别是 0.0 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L、3.0 μg/L。

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，于波长 228.8 nm 处测定各溶液的吸光度。

以镉的质量浓度（μg/L）为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

#### 6.11.1.4.3 测定

移取 5.00 mL 试液 B 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此为试液 C。

移取 10.00 mL 试液 C，置于 100 mL 烧杯中。加入 4.0 mL 硝酸溶液（1+1），盖上表面皿，加热煮沸 1 min。冷却至室温，将溶液完全转移至 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按 6.11.1.4.2 相同的仪器条件测其吸光度，从校准曲线查出或由回归方程计算出镉的质量浓度。

### 6.11.1.5 结果计算

镉含量以质量分数（ $w_8$ ）计，数值以%表示，按公式（11）计算：

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m(V_1/V_B)(V_2/V_C)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中：

$\rho$ ——从校准曲线查得或由回归方程计算出的镉的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

$V$ ——测定时试样溶液的总体的数值，单位为毫升（mL）（ $V=50$ ）；

$m$ ——试料（6.3.3）的质量的数值，单位为克（g）；

$V_1$ ——移取试液 B 的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=5$ ）；

$V_B$ ——试液 B 的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_B=250$ ）；

$V_2$ ——移取试液 C 的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_2=10$ ）；

$V_C$ ——试液 C 的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_C=100$ ）。

### 6.11.1.6 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%。

## 6.11.2 火焰原子吸收光谱法

### 6.11.2.1 方法提要

在酸性介质中加入适量的碘化钾，试液中的  $\text{Cd}^{2+}$  与  $\text{I}^-$  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，用火焰原子吸收光谱法测定镉含量。

### 6.11.2.2 试剂或材料

6.11.2.2.1 水：GB/T 6682—2008，二级水。

6.11.2.2.2 盐酸：优级纯。

6.11.2.2.3 硝酸：优级纯。

6.11.2.2.4 4-甲基-2-戊酮（MIBK）。

6.11.2.2.5 盐酸溶液：1+1。

6.11.2.2.6 硝酸溶液：1+1。

6.11.2.2.7 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，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.11.2.2.8 镉标准贮备溶液：1 mL 溶液含镉（Cd）0.1 mg。

称取 0.100 0 g 金属镉（99.9%以上），置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液，加热驱除氮氧化物。冷却后，移入 1000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

或按 GB/T 602 的规定进行配制。

6.11.2.2.9 镉标准溶液：1 mL 溶液含镉（Cd）0.001 mg。

移取 1.00 mL 镉标准贮备溶液，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。

该溶液现用现配。

### 6.11.2.3 仪器设备

6.11.2.3.1 原子吸收光谱仪。

6.11.2.3.2 镉空心阴极灯。

### 6.11.2.4 分析步骤

#### 6.11.2.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL（空白）、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL 镉标准溶液于 4 个 100 mL 烧杯中，加入 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。冷却至室温后，全部转移至 125 mL 分液漏斗中，加入 20 mL 抗坏血酸-碘化钾溶液、10 mL 4-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。此系列校准溶液中镉的质量浓度分别是 0.00 mg/L、0.15 mg/L、0.30 mg/L、0.45 mg/L。

在仪器的最佳工作条件下，于波长 228.8 nm 处，以试剂空白调零，测定各溶液的吸光度。

以镉的质量浓度（mg/L）为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

6.11.2.4.2 测定

称取约 1 g 固体试样或约 2 g 液体试样（精确至 0.2 mg），置于 100 mL 烧杯中，以下按 6.11.2.4.1 的步骤操作，测其吸光度，从校准曲线查得或由回归方程计算出镉的质量浓度。

6.11.2.5 结果计算

镉含量以质量分数 ( $w_8$ ) 计，数值以%表示，按公式 (12) 计算：

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中：

$\rho$ ——从校准曲线查得或由回归方程计算出的镉的质量浓度的数值，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) ( $V=10$ )；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

6.11.2.6 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 05%。

6.12 铬含量的测定

6.12.1 方法提要

用原子吸收火焰光谱法，于波长 357.9 nm 处，以空气-乙炔火焰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—2008，二级水。

6.12.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.12.2.3 铬标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

6.12.2.4 铬标准溶液：0.05 mg/mL。

移取 50.00 mL 铬标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

6.12.3 仪器设备

6.12.3.1 原子吸收分光光度计。

6.12.3.2 铬空心阴极灯。

6.12.4 分析步骤

6.12.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL（空白）、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液于 5 个 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此系列校准溶液中铬的质量分别为 0.00 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg、0.20 mg。

在仪器的最佳工作条件下，于波长 357.9 nm 处，以空白调零，测定各溶液的吸光度。

以铬的质量 (mg) 为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

#### 6.12.4.2 测定

按 6.12.4.1 相同的仪器条件，以空白调零，测定试液 B 的吸光度，从校准曲线查得或由回归方程计算出铬的质量。

#### 6.12.5 结果计算

铬含量以质量分数 ( $w_9$ ) 计，数值以 % 表示，按公式 (13) 计算：

$$w_9 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中：

$m_1$ ——从校准曲线查得或由回归方程计算出的铬的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

#### 6.12.6 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 0.005%。

### 6.13 锌含量的测定

#### 6.13.1 方法提要

用火焰原子吸收光谱法，于波长 213.9 nm 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 水：GB/T 6682—2008，二级水。

6.13.2.2 盐酸：优级纯。

6.13.2.3 盐酸溶液：1+1。

6.13.2.4 锌标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

6.13.2.5 锌标准溶液：0.01 mg/mL。

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。

该溶液现用现配。

#### 6.13.3 仪器设备

6.13.3.1 原子吸收分光光度计：配有背景校正装置。

6.13.3.2 锌空心阴极灯。

#### 6.13.4 分析步骤

##### 6.13.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL (空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 锌标准溶液于 6 个 100 mL 容量瓶中，加入 4.0 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此系列校准溶液中锌的质量分别为 0.00 mg、0.02 mg、0.04 mg、0.06 mg、0.08 mg、0.10 mg。

在仪器最佳工作状态下，于波长 213.9 nm 处，以试剂空白调零，测定各溶液的吸光度。

以锌的质量为横坐标、相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

#### 6.13.4.2 测定

称取约 2.0 g 试样（精确至 0.2 mg），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试液 D。

移取 5.00 mL 试液 D，置于 100 mL 容量瓶中，加入适量水，再加入 4.0 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 6.13.4.1 相同的仪器条件测其吸光度，从校准曲线查得或由回归方程计算出锌的质量。

#### 6.13.5 结果计算

锌含量以质量分数 ( $w_{11}$ ) 计，数值以 % 表示，按公式 (14) 计算：

$$w_{11} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m(V/V_D)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中：

$m_1$ ——从校准曲线查得或回归方程计算出的锌的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

$V$ ——移取试液 D 的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V=5$ )；

$V_D$ ——试液 D 的总体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_D=100$ )。

#### 6.13.6 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 0.001%。

### 6.14 铜含量的测定

按 HG/T 5747—2020 的规定执行。

### 6.15 镍含量的测定

按 HG/T 5747—2020 的规定执行。

### 6.16 总有机碳 (TOC) 含量的测定

#### 6.16.1 方法提要

将试样注入高温燃烧管中，其中的有机碳经催化氧化生成二氧化碳，进入非分散红外检测器进行测定。

#### 6.16.2 试剂或材料

6.16.2.1 无二氧化碳的水。

6.16.2.2 邻苯二甲酸氢钾 ( $C_8H_5KO_4$ )：优级纯。

6.16.2.3 有机碳 (以 C 计) 标准贮备溶液：1000 mg/L。

准确称取 2.125 5 g 预先在 110 °C ~ 120 °C 下干燥至恒重的邻苯二甲酸氢钾，用无二氧化碳的水完全溶解后，转移至 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

此溶液在 4 °C 条件下可保存 2 个月。

6.16.2.4 有机碳 (以 C 计) 标准溶液：100 mg/L。

移取 25.00 mL 有机碳标准贮备溶液于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。  
此溶液在 4 ℃ 条件下可保存 1 周。

6.16.2.5 载气：氧气，纯度大于 99.99%。也可使用高纯空气。

### 6.16.3 仪器设备

非分散红外吸收 TOC 分析仪。

### 6.16.4 分析步骤

#### 6.16.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL（空白）、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL、100.00 mL 有机碳标准溶液于 7 个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此系列校准溶液中有机碳的质量浓度分别为 0.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、100.0 mg/L。

按 TOC 分析仪说明书设定条件参数，在仪器最佳工作状态下，依次测定各溶液的响应值。以有机碳的质量浓度为横坐标、相对应的响应值为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。系列校准溶液的浓度可根据仪器的差异进行适当调整。

#### 6.16.4.2 空白试验

用无二氧化碳的水代替试样，按 6.16.4.1 相同的仪器条件测定其响应值。  
每次试验应先检测无二氧化碳的水的 TOC 含量，测定值应不超过 0.5 mg/L。

#### 6.16.4.3 测定

移取适量体积的试样注入 TOC 分析仪，按 6.16.4.1 相同的仪器条件测定其响应值。

### 6.16.5 结果计算

总有机碳含量以质量浓度  $\rho$  计，数值以毫克每升（mg/L）表示，按公式（15）计算：

$$\rho = \rho_0 f \dots\dots\dots (15)$$

式中：

$\rho_0$ ——从校准曲线查得或由回归方程计算出的有机碳的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$f$ ——试样的稀释倍数。

### 6.16.6 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算术平均值的 10%。

## 7 检验规则

7.1 本文件规定的全部指标为型式检验项目。在正常生产情况下，每 3 个月至少进行一次型式检验。其中氯化亚铁、酸不溶物、硫酸盐、游离酸、铁、锌指标应逐批检验。

7.2 每批产品不超过 150 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

7.4 固体产品采样时，先去掉包装袋上层约 30 cm 厚的料层，用采样工具从每袋中间抽取不少于 100 g 样品，将采出的样品迅速破碎至约 10 mm 以下，混匀，按四分法缩分至不少于 500 g；液体产

品按 GB/T 6680 的规定采样，采样时从贮槽、船舱、槽车的顶部进口插入液层的上、中、下三部分或从出料口分前、中、后三段采取 500 mL 以上样品，混合均匀。将采取的样品分装入两个清洁、干燥的聚乙烯瓶中，密封。

**7.5** 样品瓶上粘贴标签，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 3 个月备查。

**7.6** 检验结果按 GB/T 8170—2008 规定的修约值比较法进行判定。

**7.7** 如果检验结果中有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装单元中采样核验，核验结果即使只有一项指标不符合本文件要求，则整批产品为不合格。

## **8 标志、包装、运输和贮存**

**8.1** 水处理剂氯化亚铁外包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、净质量、批号、生产日期、本文件编号以及 GB 190 规定的“腐蚀性物质”和 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

**8.2** 每批出厂的水处理剂氯化亚铁都应附有质量检验报告及质量合格证。

**8.3** 水处理剂氯化亚铁固体产品采用双层包装。内包装采用聚乙烯薄膜袋；外包装的性能和检验方法应符合 GB/T 8946—2013 规定的塑料编织袋，或依客户要求而定。

**8.4** 水处理剂氯化亚铁液体产品采用聚乙烯塑料桶包装或者耐腐蚀槽车或贮罐装运。

**8.5** 水处理剂氯化亚铁在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，避免撞击。

**8.6** 水处理剂氯化亚铁应贮存在通风、干燥的库房内，固体产品贮存期为 3 个月，当采用抽真空或充氮包装时固体产品贮存期为 6 个月。液体产品贮存期为 12 个月。

---



中华人民共和国  
化工行业标准  
水处理剂  
氯化亚铁

HG/T 4538—2022

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务有限公司数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1 $\frac{3}{4}$  字数45.4千字

2023年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·3412

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：28.00元

版权所有 违者必究

