

称取约2g固体试样或1g液体试样于烧杯中，精确至0.2mg，加水溶解后转移至100mL容量瓶中。加入约50mL水、6mL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，移取滤液10.00mL，加入25mL水，加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，按式（6）计算：

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

式中：

V ——试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白所消耗的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：20g/L。称取 20g 硼酸溶于水，加水稀释至 1000mL。

6.6.2.3 氢氧化钠溶液：300g/L。称取 30g 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： $c(\text{HCl})$ 约 0.05mol/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500mL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50mL硼酸溶液，确保冷凝管出口在硼酸溶液液面以下。称取约2g~3g试样，精确至0.2mg，置于蒸馏瓶内，加入数粒玻璃珠和约250mL无氨的水，再加入10mL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200mL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

将全部馏出液转移到锥形瓶中，加入两滴甲基红-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，并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，按式（7）计算：

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

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：约 1mol/L。量取 3mL 硫酸，缓缓注入 100mL 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：1mL 溶液含铁(FeIII)0.1mg。

6.7.3 分析步骤

6.7.3.1 称取（1.00±0.01）g 试样，溶于 100mL 无氧的水中。取 20mL 于比色管中，立即加入 1mL 硫酸溶液，30mL 无氧的水及 2mL 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。

6.7.3.2 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 2g 试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 烧杯中。加入 4mL 硝酸溶液（1+1），盖上表面皿加热至近干，加入 1mL 盐酸，加热至黄烟冒尽，冷至室温后转移至 100mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸，10mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 30min 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

采用电加热原子吸收光谱法，在波长 283.3nm 处测定吸光度，求出铅的含量。

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：0.1mg/mL。
- 6.9.1.2.6 铅标准溶液：0.001mg/mL。移取 5.00mL 铅标准贮备溶液放入 500mL 容量瓶中，加 20mL 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小时，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0.00mL（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（1+1），用水稀释至刻度，摇匀。此系列溶液的铅含量分别是0μg/L、20μg/L、40μg/L、60μg/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，在283.3nm处测其吸光度。以铅含量（μg/L）为横坐标，相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2.50mL试液B置于100mL烧杯中，加入4.0mL硝酸溶液（1+1），盖上表面皿加热煮沸1min，冷却至室温，将溶液完全转移至50mL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，由校准曲线查得或回归方程计算出铅的质量浓度。

6.9.1.5 结果计算

铅的含量以质量分数（ w_6 ）计，数值以%表示，按式（8）计算：

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

式中：

- ρ ——试样中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 0.00005 %。

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 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。

6.9.2.2.8 铅标准贮备溶液：1mL 溶液含有 0.1mg Pb。

6.9.2.2.9 铅标准溶液：1mL 溶液含 0.01mgPb。移取 10.00mL 铅标准贮备溶液置于 100mL 容量瓶中，加入 2mL 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 0.00mL（空白）、1.50mL、3.00mL、4.50mL 铅标准溶液于四个 100mL 烧杯中，以下按 6.9.2.4.2 的步骤操作。以测定的吸光度为纵坐标，相对应的铅的质量浓度（mg/L）为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

6.9.2.4.2 试液的测定

称取约 1g 固体试样或 2g 液体试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 烧杯中，加 20mL 水、10mL 盐酸溶液，盖上表面皿煮沸，保持微沸至体积减少到约 10mL，冷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 217.0nm 处，以试剂空白调零，测定铅的吸光度。

6.9.2.5 结果计算

铅含量以质量分数（ w_6 ）计，数值以%表示，按式（9）计算：

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

式中：

ρ ——根据试液的吸光度从校准曲线上查得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 0.00005%。

6.10 汞含量的测定

6.10.1 原子荧光光谱法（仲裁法）

称取约2g试样，精确至0.2mg，置于100mL烧杯中，加入4mL硝酸溶液（1+1），盖上表面皿加热至近干，加入1mL盐酸，加热至黄烟冒尽，冷却至室温后转移至100mL容量瓶中，加入5mL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200mL硫酸缓慢加入300mL水，同时不断搅拌，冷却后加入100mL硝酸（优级纯），混匀。

6.10.2.2.9 高锰酸钾溶液：10g/L。

6.10.2.2.10 盐酸羟胺溶液：100g/L。

6.10.2.2.11 氯化亚锡溶液：50g/L。称取5.0g氯化亚锡，置于200mL烧杯中，加入10mL盐酸溶液搅拌使其溶解，稀释至100mL，混匀。

6.10.2.2.12 汞标准溶液：1mL含汞（Hg）0.0001mg。将按GB/T 602配制的汞标准溶液用水逐级稀释至10000倍，此溶液用时现配。

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

6.10.2.4.1.1 在7个50mL容量瓶中，依次加入汞标准溶液0、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL、6.00mL，加水至40mL。加入3mL硫酸-硝酸混合液，1mL高锰酸钾溶液，摇匀，静置15min。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。

6.10.2.4.1.2 在波长253.7nm处，用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。

6.10.2.4.1.3 以汞含量(mg)为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

6.10.2.4.2 测定

称取约5g试样，精确至0.2mg，溶解后移入100mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。移取10.0mL试验溶液置于50mL烧杯中，小心加入20mL水、2.0mL过氧化氢、2.0mL硝酸溶液，加热至无红棕色气体逸出时，冷却，加入3mL硫酸-硝酸混合液，蒸发至溶液体积约为10mL，冷却至室温，将溶液完全转移至50mL容量瓶中，以下按校准曲线的绘制中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作，测出还原后试样溶液所产生汞蒸气的吸光度。

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：

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

式中：

m_1 ——从校准曲线上查得或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0.000005%。

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

采用电加热原子吸收光谱法，在波长228.8nm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 镉标准贮备液：0.1mg/mL。

6.11.1.2.6 镉标准溶液：0.1 μ g/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。

6.11.1.3 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 μ L~500 μ L微量液体流量计或自动进样器。

6.11.1.3.3 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。

6.11.1.3.4 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小时，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0.00mL（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（1+1），用水稀释至刻度，摇匀。此系列溶液的镉含量分别是0.0 μ g/L、1.0 μ g/L、2.0 μ g/L、3.0 μ g/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，在228.8nm处测其吸光度。以镉标准溶液的质量浓度（ μ g/L）为横坐标，相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5.00mL试液B于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此为试液C。移取10.00mL试液C，置于100mL烧杯中，加入4.0mL硝酸溶液（1+1），盖上表面皿加热煮沸1min，冷却至室温，将溶液完全转移至50mL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，由校准曲线或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，按式（11）计算：

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

式中：

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

V ——测定时试样溶液总体积的数值，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）（ $V_1=5$ ）；

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0.00005%。

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 Cd^{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。

6.11.2.2.8 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GB/T 602的规定进行配制。

6.11.2.2.9 镉标准溶液：1mL溶液含0.001mgCd。移取1.00mL镉标准贮备溶液置于100mL容量瓶中，加入2mL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0.00mL（空白）、1.50mL、3.00mL、4.50mL镉标准溶液于四个100mL烧杯中，以下按6.11.2.4.2的步骤操作。以测定的吸光度为纵坐标，相对应的镉的质量浓度（mg/L）为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

6.11.2.4.2 试液的测定

称取约1g固体试样或2g液体试样，精确至0.2mg，置于100mL烧杯中，加20mL水、10mL盐酸溶液，盖上表面皿煮沸，保持微沸至体积减少到约10mL，冷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、10mL4-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。

6.11.2.5 结果计算

镉含量以质量分数（ w_8 ）计，数值以%表示，按式（12）计算：

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

式中：

ρ ——由校准曲线或回归方程得出的试样中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0.00005%。

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，在波长357.9nm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：0.1mg/mL。

6.12.2.4 铬标准溶液：0.05mg/mL。移取50.00mL铬标准贮备溶液于100mL容量瓶中，加入20mL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

移取0.00、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL铬标准溶液置于50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列含铬量为0.00、0.05mg、0.10mg、0.15mg、0.20mg，在仪器的最佳工作条件下，于波长357.9nm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，绘制校准曲线。

6.12.4.2 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件，以空白调零，测定试液B的吸光度，从校准曲线中求得相应的铬含量。

6.12.5 结果计算

铬含量以质量分数 (w_9) 计，数值以%表示，按式 (13) 计算：

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

式中：

m_1 ——由校准曲线或回归方程得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，在波长213.9nm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：0.1mg/mL。

6.13.2.5 锌标准溶液：0.01mg/mL。移取10.00mL 锌标准贮备溶液于100mL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)、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL锌标准溶液于6个100mL容量瓶中，加入4.0mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此标准系列的锌含量分别为0.00 mg、0.02mg、0.04mg、0.06mg、0.08mg、0.10mg。在仪器最佳工作状态下，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，相对应的锌含量为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

6.13.4.2 测定

称取约2.0g试样，精确至0.2mg，置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试液D。从试液D中移取5.00mL该溶液置于100mL容量瓶中，加入适量水后，加入4.0mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。在与6.13.4.1相同的仪器测试条件下测其吸光度。由校准曲线查得或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，按式 (14) 计算：

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

式中：

m_1 ——从校准曲线上查得的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，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.001%。

6.14 铜含量的测定

按照HG/T 5747-2020的规定执行。

6.15 镍含量的测定

按照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 磷酸（ H_3PO_4 ）：优级纯。

6.16.2.3 邻苯二甲酸氢钾（ $C_8H_5KO_4$ ）：优级纯。

6.16.2.4 磷酸溶液：1+9。

6.16.2.5 有机碳（以C计）标准贮备溶液：1000mg/L。准确称取预先在110℃~120℃下干燥至恒重的邻苯二甲酸氢钾2.1255g，用无二氧化碳的水完全溶解后转移至1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液在4℃条件下可保存两个月。

6.16.2.6 有机碳（以C计）标准溶液：100mg/L。移取25.00mL有机碳标准贮备溶液于250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液在4℃条件下可保存一周。

6.16.2.7 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0.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL、20.00mL、40.00mL、100.00mL有机碳标准溶液于七个100mL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含量分别为0.0mg/L、2.0mg/L、5.0mg/L、10.0mg/L、20.0mg/L、40.0mg/L、100.0mg/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，依次测定系列溶液的响应值。以测得的响应值为纵坐标，相应的有机碳的含量为横坐标绘制校准曲线或计算回归方程。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，按照6.16.4.1的测试条件测定其响应值。每次试验应先检测无二氧化碳水的TOC含量，测定值应不超过0.5mg/L。

6.16.4.3 样品测定

移取适量体积的试样注入TOC分析仪，按照6.16.4.1的测试条件测定其响应值。

6.16.5 结果计算

总有机碳含量以质量浓度 ρ 计，单位以毫克每升 (mg/L) 表示，按式 (15) 计算：

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

ρ_0 ——从校准曲线上查得或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，三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、铁和锌指标应逐批检验。

7.2 每批产品不超过 150t。

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 30cm 厚的料层，用采样工具从每袋中间抽取不少于 100g 样品，将采出的样品迅速破碎至约 10mm 以下，混匀，按四分法缩分至不少于 500g；液体产品按 GB/T 6680 的规定采样，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 500mL 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，另一瓶保存三个月备查。

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 如果检验结果中有一项不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样核验，核验结果仍有一项不符合本文件要求时，整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 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 每批出厂的氯化亚铁都应附有质量检验报告及质量合格证。

8.3 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 氯化亚铁液体产品采用聚乙烯塑料桶包装或耐腐蚀槽车或贮罐装运。

8.5 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 氯化亚铁应贮存在通风干燥的库房内，固体产品贮存期为三个月，当采用抽真空或充氮包装时，固体产品贮存期为六个月。液体产品贮存期为十二个月。