

称取约20g试样，精确至0.2mg，置于250mL烧杯中，加入约100mL水，搅拌。用预先于105°C~110°C干燥至恒量的坩埚式过滤器抽滤，用水洗涤残渣至洗液中不含氯离子（用硝酸银溶液检查）。将滤液和洗涤液移入500mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。此溶液为试液A。试液A用于铁（Fe³⁺）和亚铁（Fe²⁺）含量的测定。

保留坩埚和残渣，用于水不溶物含量的测定。

6.3.4.2 测定

移取25.00mL试液A，置于250mL碘量瓶中，加入25mL水、3g碘化钾和10mL盐酸溶液，盖好瓶塞，水封，摇匀，于暗处放置30min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色，加入3mL淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失。

同时做空白试验。

6.3.5 结果计算

铁（Fe³⁺）含量以质量分数（ w_1 ）计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值，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_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）（ $V_A=500$ ）。

6.3.6 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0.2%。

6.4 亚铁含量的测定

6.4.1 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。

6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 磷酸。

6.4.2.2 硫酸溶液：1+5。

6.4.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约0.05mol/L。

6.4.2.4 二苯胺磺酸钠指示液：5g/L。

6.4.3 分析步骤

移取100.00mL试液A于250mL锥形瓶中，加入20mL硫酸溶液、5mL磷酸和三至四滴二苯胺磺酸钠指示液，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至蓝紫色。

6.4.4 结果计算

亚铁（Fe²⁺）含量以质量分数（ w_2 ）计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——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浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——亚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_1 ——移取试液A的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=100$ ）；

V_A ——试液A的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_A=500$ ）。

6.4.5 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0.02%。

6.5 盐基度含量的测定

6.5.1 方法提要

在试样中加入过量盐酸，使聚合态铁解聚，以氟化钠作掩蔽剂，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的盐酸。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 水：无二氧化碳的水。

6.5.2.2 氟化钠溶液：40g/L。称取20g氟化钠于500mL聚乙烯烧杯中，以200mL无二氧化碳的水溶解后，稀释至500mL。加入两滴酚酞指示液，并用氢氧化钠溶液（4g/L）或盐酸溶液（1+1）调节至微红色，滤去不溶物后贮于聚乙烯瓶中。

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

6.5.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})$ 约0.25mol/L。

6.5.2.5 酚酞指示液：10g/L乙醇溶液。

6.5.3 分析步骤

称取约0.5g试样，精确至0.2mg，置于250mL锥形瓶中，加10.00mL盐酸标准溶液，盖上表面皿，置于电炉上加热至沸约10s后立即取下，冷却至室温，加入30mL氟化钠溶液，摇匀。加入五滴酚酞指示液，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水做空白试验。

6.5.4 结果计算

盐基度以质量分数（ w_3 ）计，数值以%表示，按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(V_0 - V)cM_1 \times 10^{-3} / M_1}{mw_1 / M_2 / 3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_0 ——空白试验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 ——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）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

w_1 ——6.3测得的铁（ Fe^{3+} ）含量的质量分数；

M_1 ——氢氧根 $[\text{OH}^-]$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=17.00$ ）；

M_2 ——铁（ Fe^{3+} ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=55.85$ ）。

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 0.5%。

6.6 水不溶物含量的测定

6.6.1 方法提要

试样用水溶解后，经过滤、洗涤、烘干至恒量，计算出水不溶物含量。

6.6.2 仪器设备

电热恒温干燥箱：温度可控制为105℃~110℃。

6.6.3 分析步骤

将6.3.4.1中保留的坩埚和残渣放入电热恒温干燥箱内，在105℃~110℃下干燥至恒量。

6.6.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数（ w_4 ）计，数值以%表示，按式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——坩埚式过滤器连同残渣的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——坩埚式过滤器的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

6.6.5 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0.02%。

6.7 密度的测定

按GB/T 22594-2018第3章规定的密度计法执行。

6.8 氨氮的测定

6.8.1 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）。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 无氨的水。

6.8.2.2 硼酸溶液：20g/L。称取 20g 硼酸溶于水，加水稀释至 1000mL。

6.8.2.3 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。

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

6.8.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

6.8.3 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。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 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。

6.8.4.2 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。

6.8.5 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（5）计算：

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

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）。

6.8.6 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0.002%。

6.9 锌含量的测定

6.9.1 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。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 水：GB/T 6682-2008，二级水。

6.9.2.2 盐酸：优级纯。

6.9.2.3 盐酸溶液：1+1。

6.9.2.4 锌标准贮备溶液：0.1mg/mL。

6.9.2.5 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。该溶液有效期为2个月。

6.9.3 仪器设备

6.9.3.1 原子吸收光谱仪：配有背景校正装置。

6.9.3.2 锌空心阴极灯。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 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。

6.9.4.2 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B。从试液B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6.9.4.1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。

6.9.4.3 结果计算

锌含量以质量分数（ w_6 ）计，数值以%表示，按式（6）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{mV/V_B} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

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 ——试样质量的数值，单位为克（g）。

V ——移取试液B的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=5$ ）；

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

6.9.4.4 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0.002%。

6.10 砷含量的测定

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，冷至室温后转移至100mL容量瓶中，分别加入5mL盐酸，10mL硫脲溶液（如溶液显黄色，应补加适量硫脲溶液，使溶液呈无色），用水稀释至刻度，摇匀。放置30min后，按GB/T 33086的规定执行。

6.10.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法

6.10.2.1 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。砷化氢气体被二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺三氯甲烷溶液吸收，生成紫红色产物，用分光光度计测定。

6.10.2.2 试剂或材料

6.10.2.2.1 无砷锌粒。

6.10.2.2.2 碘化钾。

6.10.2.2.3 三氯甲烷。

6.10.2.2.4 硫酸溶液：1+1。

6.10.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液：400g/L。

6.10.2.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺三氯甲烷溶液（以下称吸收液）。

6.10.2.2.7 砷标准贮备溶液：0.1mg/mL。

6.10.2.2.8 砷标准溶液：0.001mg/mL。移取10.00mL砷标准贮备溶液于1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。该溶液现用现配。

6.10.2.2.9 乙酸铅棉花。

6.10.2.3 仪器设备

6.10.2.3.1 定砷器：符合 GB 610-2008 中 4.2.2.3 的规定。

6.10.2.3.2 分光光度计：带有 1cm 吸收池。

6.10.2.4 分析步骤

6.10.2.4.1 校准曲线的绘制

移取 0.00 mL（空白）、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液，置于六个定砷器中。各加水至约 50 mL，加入 4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾、2 mL 氯化亚锡溶液，摇匀，放置 15 min。

移取 5.00 mL 吸收液注入吸收管内，迅速向定砷瓶中加入 3 g 无砷锌，立即连接好定砷器各部分，勿使漏气，在室温（室温低于 15°C 时可用 25°C~30°C 水浴温热）下反应 45 min 取下吸收管，用三氯甲烷将吸收液体积补充至 5 mL。

在 510 nm 波长下，用 1 cm 吸收池，以试剂空白为参比，测量各溶液的吸光度。以砷含量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

6.10.2.4.2 测定

称取约 1 g 试样，精确至 0.2 mg，置于定砷器中，加水至约 50 mL，使试样溶解。以下操作按 6.10.2.4.1 所述，从“加入 4 mL 硫酸溶液……”开始，到“测量各溶液的吸光度”为止。

6.10.2.5 结果计算

砷含量以质量分数（ w_7 ）计，数值以 % 表示，按式（7）计算：

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

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

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

6.10.2.6 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 0.00005%。

6.11 铅含量的测定

6.11.1 方法提要

向试样中加入硝酸，使试样中的铅溶解，于 283.3 nm 波长处用电加热原子吸收光谱法测定铅含量。

6.11.2 试剂或材料

6.11.2.1 水：GB/T 6682-2008，二级水。

6.11.2.2 硝酸：优级纯。

6.11.2.3 硝酸溶液：1+1。

6.11.2.4 硝酸溶液：1+4

6.11.2.5 铅标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

6.11.2.6 铅标准溶液：0.001 mg/mL。移取 5.00 mL 铅标准贮备溶液放入 500 mL 容量瓶中，加 20 mL 硝酸溶液（1+99），用水稀释至刻度，摇匀。

6.11.3 仪器设备

6.11.3.1 原子吸收光谱仪：配有铅空心阴极灯。

6.11.3.2 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。

6.11.3.3 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。

6.11.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

6.11.4 分析步骤

6.11.4.1 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。

6.11.4.2 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0 μ g/L、20 μ g/L、40 μ g/L、60 μ g/L。仪器稳定后，调试至最佳测定条件，在283.3nm波长处，以空白调零测定其吸光度。以铅含量（ 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线性回归方程。

6.11.4.3 测定

移取5.00mL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，此为试液C（同时供铬含量测定用）。按6.11.4.2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。

6.11.4.4 结果计算

铅含量以质量分数（ w_8 ）计，数值以%表示，按式（8）计算：

$$w_8 = \frac{\rho V_C \times 10^{-9}}{m V/V_B} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中：

ρ ——从校准曲线查得或回归方程计算出的铅的质量浓度的数值，单位为微克每升（ μ g/L）；

V_C ——试液 C 的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_C=50$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

V ——移取试液 B 的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=5$ ）；

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

6.11.4.5 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0.0003%。

6.12 汞含量的测定

6.12.1 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。

6.12.2 冷原子吸收光谱法

6.12.2.1 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。

6.12.2.2 试剂或材料

- 6.12.2.2.1 水：GB/T 6682-2008，二级水。
- 6.12.2.2.2 硫酸：优级纯。
- 6.12.2.2.3 硝酸：优级纯。
- 6.12.2.2.4 盐酸：优级纯。
- 6.12.2.2.5 硫酸—硝酸混合液：将 200mL 硫酸缓慢加入 300mL 水中，同时不断搅拌。冷却后加入 100mL 硝酸，混匀。
- 6.12.2.2.6 高锰酸钾溶液：10g/L。
- 6.12.2.2.7 盐酸羟胺溶液：100g/L。
- 6.12.2.2.8 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（1+11）及适量水使其溶解，稀释至 100mL 容量瓶中，摇匀。
- 6.12.2.2.9 汞标准贮备溶液：0.1mg/mL。
- 6.12.2.2.10 汞标准溶液：0.1 μ g/mL。移取汞标准贮备溶液 10.00mL 于 100mL 容量瓶中，用硫酸溶液（1+71）稀释至刻度，摇匀。再从中移取 10.00mL 上述溶液于 1000mL 容量瓶中，用硫酸溶液（1+71）稀释至刻度，摇匀。

6.12.2.3 仪器设备

- 6.12.2.3.1 冷原子吸收光谱仪或测汞仪。
- 6.12.2.3.2 汞空心阴极灯。

6.12.2.4 分析步骤

6.12.2.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 50mL 容量瓶中，依次加入汞标准溶液 0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL，加水至 40mL。加入 3mL 硫酸—硝酸混合液和 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。

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汽为参比，测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生的汞蒸汽的吸光度。

以汞含量（ μ g）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

6.12.2.4.2 测定

称取约 5g 试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，此溶液为试液 D。

移取 10.00mL 试液 D 于 50mL 容量瓶中，按 6.12.2.4.1 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汽的吸光度。

6.12.2.4.3 结果计算

汞含量以质量分数（ w_9 ）计，数值以%表示，按式（9）计算：

$$w_9 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m V / V_D} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

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，单位为微克（ μ g）；

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）（ $V=10$ ）；

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

6.12.2.4.4 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不大于 0.000002%。

6.13 镉含量的测定

6.13.1 方法提要

用火焰原子吸收光谱法，在波长228.8nm处以空气—乙炔火焰测定镉原子的吸光度，求出镉含量。

6.13.2 试剂或材料

6.13.2.1 水：GB/T 6682-2008，二级水。

6.13.2.2 硝酸：优级纯。

6.13.2.3 硝酸溶液：1+1。

6.13.2.4 镉标准贮备溶液：0.1mg/mL。

6.13.2.5 镉标准溶液：0.01mg/mL。移取10mL镉标准贮备溶液于100mL容量瓶中，加2mL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 镉空心阴极灯。

6.13.4 分析步骤

6.13.4.1 分别移取0.00、0.50mL、1.0mL、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。此标准系列含镉量为0.00mg、0.005mg、0.010mg、0.015mg，在仪器最佳工作条件下，于228.8nm波长处，以空白调零，测其吸光度。以测得的吸光度为纵坐标，相对应的镉的含量为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

6.13.4.2 称取1.5g~2g试样，精确至0.2mg，置于50mL容量瓶中，加1mL硝酸溶液用水稀释至刻度，摇匀。按6.13.4.1的同等仪器条件，以空白调零，测其吸光度，从校准曲线查得或回归方程计算出镉的含量。

6.13.5 结果计算

镉含量以质量分数（ w_{10} ）计，数值以%表示，按式（10）计算：

$$w_{10} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中：

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

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

6.13.6 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0.00005%。

6.14 铬含量的测定

6.14.1 方法提要

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。

6.14.2 试剂或材料

6.14.2.1 水：GB/T 6682-2008，二级水。

6.14.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.14.2.3 铬标准贮备溶液：0.1mg/mL。

6.14.2.4 铬标准溶液：1μg/mL。移取10.00mL铬标准贮备溶液于1000mL容量瓶中，加入20mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

6.14.3 仪器设备

- 6.14.3.1 原子吸收光谱仪：配有铬空心阴极灯。
 6.14.3.2 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。
 6.14.3.3 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。
 6.14.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

6.14.4 分析步骤

6.14.4.1 分别移取 0.00mL、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。以测得的吸光度为纵坐标，相应的铬标准溶液的质量浓度 (μ g/L) 为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

6.14.4.2 按 6.14.4.1 的同等仪器条件测定试液 C 的吸光度。由校准曲线或回归方程得出铬的质量浓度。

6.14.5 结果计算

铬含量以质量分数 (w_{11}) 计，数值以%表示，按式 (11) 计算：

$$w_{11} = \frac{\rho V_C \times 10^{-9}}{mV/V_B} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中：

ρ ——从校准曲线上查出或回归方程计算出的铬的质量浓度的数值，单位为微克每升 (μ g/L)；

V_C ——试液 C 的总体积的数值，单位为毫升 (mL) ($V_C=50$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

V ——移取试液 B 的体积的数值，单位为毫升 (mL) ($V=5$)；

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

6.14.6 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 0.0001%。

6.15 总有机碳 (TOC) 含量的测定

6.15.1 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。

6.15.2 试剂或材料

- 6.15.2.1 无二氧化碳的水。
 6.15.2.2 磷酸 (H_3PO_4)：优级纯。
 6.15.2.3 邻苯二甲酸氢钾 ($C_8H_5O_4K$)：优级纯。
 6.15.2.4 磷酸溶液：1+9。
 6.15.2.5 有机碳 (以 C 计) 标准贮备溶液：1000mg/L。准确称取预先在 110 $^{\circ}$ C~120 $^{\circ}$ C 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 $^{\circ}$ C 条件下可保存两个月。
 6.15.2.6 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 $^{\circ}$ C 条件下可保存一周。
 6.15.2.7 载气：氧气，纯度大于 99.99%。也可使用高纯空气。

6.15.3 仪器设备

非分散红外吸收 TOC 分析仪。

6.15.4 分析步骤

6.15.4.1 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。

6.15.4.2 空白试验

用无二氧化碳的水代替试样，按照6.15.4.1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。

6.15.4.3 样品测定

移取适量体积的试样注入TOC分析仪，按照6.15.4.1的测试条件测定其响应值。

6.15.5 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 (12) 计算：

$$\rho = \rho_0 f \dots\dots\dots (1)$$

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。

6.15.6 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项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每三个月至少进行一次型式检验。其中铁、亚铁、盐基度、密度指标为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 每批产品应不超过 100t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。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。将采取的样品分装于两个洁净干燥的塑料瓶中，密封。

7.4 样品瓶上粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样时间和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。

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

7.6 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 聚氯化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、本文件编号以及符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”的标识。

8.2 每批出厂的聚氯化铁应附有质量检验报告和质量合格证。

8.3 聚氯化铁应采用聚乙烯塑料桶包装或耐腐蚀槽车或贮罐装运。

- 8.4 氯化铁在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，避免撞击。
 - 8.5 氯化铁应贮存在通风干燥的库房内，贮存期为六个月。
-

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示