



中华人民共和国国家标准

GB/T 22627—2014
代替 GB/T 22627—2008

水处理剂 聚氯化铝

Water treatment chemical—Poly aluminium chloride

2014-12-05 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 示性式	1
4 要求	1
5 试验方法	2
6 检验规则	16
7 标志、包装、运输和贮存	16
附录 A (资料性附录) 混凝性能的判定	18

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 22627—2008《水处理剂 聚氯化铝》，与 GB/T 22627—2008 相比主要技术变化如下：

- 修改了水处理剂聚氯化铝的指标(见表 1,2008 年版表 1)；
- 删除了密度的测定(见 2008 年版 4.3)；
- 将砷含量测定中的砷斑法改为原子荧光法测定(见 5.7.1,2008 年版 4.7.2)；
- 将铅含量测定中的电加热原子吸收光谱法改为火焰原子吸收光谱法(见 5.8,2008 年版 4.8)；
- 增加了镉、汞、铬含量的测定(见 5.9、5.10、5.11)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位：深圳市中润水工业技术发展有限公司、山东中科天泽净水材料有限公司、衡阳市建衡实业有限公司、河南科泰净水材料有限公司、广东慧信环保有限公司、嘉善绿野环保材料厂、常州市清流水处理剂有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司、南昌水业集团南昌工贸有限公司、巩义市永兴生化材料有限公司。

本标准参加起草单位：海南中岛能源开发有限公司、南通市华清净水材料有限公司、巩义市富源净水材料有限公司、河南省华泉自来水材料总厂、河南新世纪净化材料有限公司。

本标准主要起草人：李润生、刘庆运、何青峰、周秋涛、谭铭卓、俞明华、蒋晓春、沈烈翔、金平、曹克真。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 22627—2008。

水处理剂 聚氯化铝

警告——本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应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。

1 范围

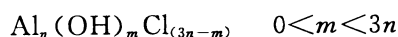
本标准规定了水处理剂聚氯化铝的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。
本标准适用于水处理剂用聚氯化铝。该产品主要用于工业给水、废水和污水及污泥处理。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 191 包装储运图示标志
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 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法
GB/T 6678 化工产品采样总则
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 8946 塑料编织袋通用技术要求
GB/T 22592—2008 水处理剂 pH 值测定方法通则

3 示性式



4 要求

4.1 外观

液体:无色至黄色或黄褐色液体,无异味。

固体:白色至黄色或黄褐色颗粒或粉末。

4.2 指标

聚氯化铝指标应符合表 1 要求。

表 1

指标名称	指 标		试验方法
	液体	固体	
氧化铝(Al_2O_3)的质量分数/% \geq	6.0	28.0	5.2
盐基度/%	30.0~95.0		5.3
水不溶物的质量分数/% \leq	0.4		5.4
pH 值(10 g/L 水溶液)	3.5~5.0		5.5
铁(Fe)的质量分数/% \leq	3.5		5.6
砷(As)的质量分数/% \leq	0.000 5		5.7
铅(Pb)的质量分数/% \leq	0.002		5.8
镉(Cd)的质量分数/% \leq	0.001		5.9
汞(Hg)的质量分数/% \leq	0.000 05		5.10
铬(Cr)的质量分数/% \leq	0.005		5.11

注：表中所示水不溶物、铁、砷、铅、镉、汞、铬的质量分数均指 Al_2O_3 10% 的产品含量， Al_2O_3 含量 \neq 10% 时，应按实际含量折算成 Al_2O_3 10% 产品比例计算出相应的质量分数。

5 试验方法

5.1 通则

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

试验中所需标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有特殊注明时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

5.2 氧化铝含量的测定

5.2.1 氯化锌标准溶液滴定法(仲裁法)

5.2.1.1 方法提要

用硝酸将试样解聚，在 pH 值为 3 时加入过量的乙二胺四乙酸二钠溶液，使其与铝离子络合，然后用氯化锌标准滴定溶液回滴过量 EDTA 溶液。

5.2.1.2 试剂和材料

5.2.1.2.1 硝酸溶液：1+12。

5.2.1.2.2 氨水溶液：1+1。

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

5.2.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=5.5)：称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水中，加 19 mL 冰乙酸，用水稀释至 1 L，摇匀。

5.2.1.2.5 氧化铝标准溶液：1 mL 含 0.001 g Al_2O_3 。称取 0.529 3 g 高纯铝(纯度 \geq 99.99%)，精确至 0.2 mg，置于 200 mL 聚乙烯杯中，加 20 mL 水和约 3 g 氢氧化钠，使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热)，用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后再加 10 mL，使其透明，冷却，转移至 1 000 mL 容量瓶，用水稀

至刻度,摇匀。

5.2.1.2.6 氯化锌标准滴定溶液 [$c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.025 mol/L] 按下列步骤制备:

- 配制:称取 3.5 g 氯化锌 (ZnCl_2),用体积分数为 0.05% 的盐酸溶液溶解并稀释至 1 L,摇匀。
- 标定:移取 20 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.2.1.3 步骤进行操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V_0 。再移取 20 mL EDTA 溶液和 40 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.2.1.3 步骤进行操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V 。
- 结果计算:氯化锌标准滴定溶液浓度 $c(\text{ZnCl}_2)$,数值以摩尔每升 (mol/L) 表示,按式(1)计算:

$$c(\text{ZnCl}_2) = \frac{V_1 \rho_1 \times 10^3}{(V_0 - V)M/2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_1 ——移取的氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);
- ρ_1 ——氧化铝标准溶液的浓度的数值,单位为克每毫升 (g/mL);
- V_0 ——空白消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);
- V ——返滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);
- M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=101.96$)。

5.2.1.2.7 百里香酚蓝指示液:1 g/L 乙醇溶液。

5.2.1.2.8 二甲酚橙指示液:5 g/L。

5.2.1.3 分析步骤

称取约 13 g~14 g 液体试样或 2.5 g~3 g 固体试样,精确至 0.2 mg。用不含二氧化碳的水溶解,转移至 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,此溶液为试液 A。

移取 10 mL 试液 A,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,滴加 3 滴~4 滴百里香酚蓝指示液,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-乙酸钠缓冲溶液和两滴二甲酚橙指示液,加 50 mL 水,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。

5.2.1.4 结果计算

氧化铝 (Al_2O_3) 含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM \times 10^{-3}/2}{mV_1/V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- V_0 ——空白试验消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);
- V ——试样消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);
- c ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升 (mol/L);
- M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=101.96$);
- 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) ($V_1=10$);
- V_A ——试液 A 的总体积的数值,单位为毫升 (mL) ($V_A=250$)。

5.2.1.5 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%。

5.2.2 硫酸铜标准溶液滴定法

5.2.2.1 方法提要

用盐酸将试样解聚,在 pH 值约为 4.3 时加入乙二胺四乙酸二钠溶液,使其与铝离子络合,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量乙二胺四乙酸二钠溶液。

5.2.2.2 试剂和材料

5.2.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.2.2.2.2 硫酸溶液:1+1。

5.2.2.2.3 氨水溶液:1+1。

5.2.2.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4.3)。称取 42.3 g 无水乙酸钠溶于水中,加 80 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 L,摇匀。

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

5.2.2.2.6 氧化铝标准溶液:1 mL 含 0.001 g Al_2O_3 ,配制方法同 5.2.1.2.5。

5.2.2.2.7 硫酸铜标准滴定溶液[$c(\text{CuSO}_4)\approx 0.025 \text{ mol/L}$]按下列步骤制备:

- a) 配制:称取 6.3 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加两滴硫酸溶液,用水稀释至 1 L,摇匀。
- b) 标定:移取 20.00 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.2.2.3 步骤进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V_0 。再移取 20.00 mL EDTA 溶液和 20 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.2.2.3 步骤进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V 。
- c) 结果计算:硫酸铜标准滴定溶液浓度 $c(\text{CuSO}_4)$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(3)计算:

$$c(\text{CuSO}_4) = \frac{V_1 \rho_1 \times 10^3}{(V_0 - V)M/2} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ_1 ——氧化铝标准溶液的浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

V_0 ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——返滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

5.2.2.2.8 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示液:将 0.3 g PAN 溶于 100 mL 95%乙醇中。

5.2.2.2.9 甲基橙指示液:1 g/L。

5.2.2.3 分析步骤

移取 10 mL 试液 A(见 5.2.1.3),置于 250 mL 锥形瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,煮沸 1 min,加 20.00 mL EDTA 溶液,加水至约 100 mL,滴加两滴甲基橙指示剂,用氨水溶液将试液颜色调至红色突变为黄色,再加两滴盐酸溶液,加 15.00 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸 2 min,加 4 滴~5 滴 PAN 指示液,稍冷(约 95 °C)以硫酸铜标准滴定溶液滴定至紫红色。同时做空白试验。

5.2.2.4 结果计算

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)c M \times 10^{-3}/2}{mV_1/V_A} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_0 ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

- V ——试样消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫酸铜标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), ($M=101.96$);
 m ——试料的质量的数值,单位为克(g);
 V_1 ——移取试液 A(5.2.1.3)的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=10$);
 V_A ——试液 A(5.2.1.3)的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_A=250$)。

5.2.2.5 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:液体产品不大于 0.1%;固体产品不大于 0.2%。

5.3 盐基度的测定

5.3.1 方法提要

在解聚后的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。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氟化钾溶液:500 g/L。称取 500 g 氟化钾,以 200 mL 不含二氧化碳的水溶解后,稀释至 1 L。加入两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。

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

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

5.3.2.4 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

5.3.3 分析步骤

移取 25 mL 试液 A(见 5.2.1.3),置于 250 mL 锥形瓶中,加 20.00 mL 盐酸标准溶液,盖上表面皿,置于电炉上加热至沸腾后立即取下,冷却至室温,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水做空白试验。

5.3.4 结果计算

盐基度以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_2 = \frac{\frac{(V_0 - V)cM \times 10^{-3}}{M}}{m w_1 \frac{V_1}{V_A} \frac{2M_1/M_2}{M_1/3}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

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 ——测定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的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 M ——氢氧根[OH⁻]的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=16.99$);
 m ——试料的质量的数值,单位为克(g);
 w_1 ——5.2 测得的氧化铝的质量分数;
 V_1 ——移取试液 A(5.2.1.3)的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=25$);
 V_A ——试液 A(5.2.1.3)的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_A=250$);

M_1 ——铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=26.98$);

M_2 ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=101.96$)。

5.3.5 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2.0%。

5.4 水不溶物含量的测定

5.4.1 方法提要

将试样用水溶解,经过滤、洗涤、烘干至恒量,计算出水不溶物的含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 稀释用水:取1 L水,加入约22 mL 0.5 mol/L 盐酸溶液,边加边搅拌,调节pH至2.0~2.5(用酸度计测量)。

5.4.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.4.3 仪器、设备

5.4.3.1 电热恒温干燥箱:10 °C~200 °C。

5.4.3.2 布氏漏斗: $d=100$ mm。

5.4.4 分析步骤

称取约10 g液体试样或约3 g固体试样,精确至0.2 mg。置于250 mL烧杯中,加入约150 mL稀释用水,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。

用水洗至无 Cl^- 时(用硝酸银溶液检验),将滤纸连同滤渣于100 °C~105 °C干燥至恒量。

5.4.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_1 ——滤纸和滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——滤纸的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.4.6 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,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

按GB/T 22592—2008规定执行。

5.6 铁含量的测定

5.6.1 方法提要

用盐酸将试样解聚,在pH为1.5~2.0,温度为60 °C~70 °C的溶液中,用过硫酸铵将 Fe^{2+} 转化成

Fe³⁺，以磺基水杨酸钠为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定全部 Fe³⁺。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 氨水溶液:1+1。

5.6.2.3 过硫酸铵溶液:10 g/L,此溶液现用现配。

5.6.2.4 乙二胺四乙酸二钠溶液: $c(\text{EDTA})\approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。

5.6.2.5 磺基水杨酸钠指示液:100 g/L。

5.6.3 分析步骤

5.6.4 方法提要

移取 20 mL 试液 A(见 5.2.1.3),置于 250 mL 锥形瓶中,加 2 mL 盐酸溶液,煮沸 1 min,用氨水溶液或盐酸溶液调节 pH 值至 1.5~2.0(使用精密 pH 试纸检查),加入 2 mL 过硫酸铵溶液,将溶液加热至 70 ℃,加入 10 滴磺基水杨酸钠指示液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液缓慢滴定紫红色消失。

5.6.5 结果计算

铁含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

V ——试样消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,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(见 5.2.1.3)的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=20$);

V_A ——试液 A(见 5.2.1.3)的总体积的数值,单位为毫升(mL)($V_A=250$)。

5.6.6 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 0.05%。

5.7 砷含量的测定

5.7.1 原子荧光光谱法

5.7.1.1 方法原理

试样经加酸处理后,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷,再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢,由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷,在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测溶液中的砷浓度成正比,与标准系列比较定量。

5.7.1.2 试剂和材料

5.7.1.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.7.1.2.2 盐酸:优级纯。

5.7.1.2.3 硝酸:优级纯。

5.7.1.2.4 盐酸溶液:1+49。

5.7.1.2.5 硝酸溶液:1+1。

5.7.1.2.6 硫脲溶液:100 g/L。

5.7.1.2.7 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 2.0 g 氢氧化钠和 10.0 g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中,用水溶解并稀释至 1 000 mL,贮存于聚乙烯瓶中。

5.7.1.2.8 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

5.7.1.2.9 砷标准溶液:1 μg/mL。移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 盐酸,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,加 10.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。

5.7.1.3 仪器、设备

5.7.1.3.1 原子荧光光度计。

5.7.1.3.2 砷空心阴极灯。

5.7.1.4 校准曲线的绘制

5.7.1.4.1 分别取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液于 6 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸,20 mL 硫脲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、60 μg/L、80 μg/L、100 μg/L。

5.7.1.4.2 仪器稳定后,以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂,以盐酸溶液为载流溶液,在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标,相对应的砷的质量浓度(μg/L)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

注:使用原子荧光光谱仪测定时,所需的硼氢化钾溶液浓度、载流溶液浓度、待测样品溶液和硼氢化钾溶液间的酸碱度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸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。

5.7.1.5 分析步骤

5.7.1.5.1 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浸泡 24 h,然后用水冲洗干净备用。

5.7.1.5.2 样品的测定

称取约 3 g 液体试样或 1 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水、1 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸,20 mL 硫脲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按 5.7.1.4.2 的步骤进行测定(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤后测定),由校准曲线或回归方程得出砷含量。

5.7.1.6 结果计算

砷含量以质量分数 w_s 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_s = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(8)$$

式中:

ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值,单位为微克每升(μg/L);

V ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=100$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.7.1.7 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 二乙基二硫代氨基甲酸银法

5.7.2.1 方法提要

在酸性介质中,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-三乙基胺三氯甲烷吸收液吸收,生成紫红色产物,在 510 nm 处测其吸光度。

5.7.2.2 试剂和材料

5.7.2.2.1 无砷锌粒。

5.7.2.2.2 三氯甲烷。

5.7.2.2.3 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液:20 g/L。

5.7.2.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

5.7.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液。

5.7.2.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液: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。

5.7.2.2.7 砷标准贮备液:0.1 mg/mL。

5.7.2.2.8 砷标准溶液:0.001 mg/mL。移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,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。

5.7.2.2.9 乙酸铅棉花。

5.7.2.3 仪器、设备

5.7.2.3.1 分光光度计:带有 1 cm 吸收池。

5.7.2.3.2 定砷器:符合 GB/T 610—2008 中 4.2.2.3 的规定。

5.7.2.4 分析步骤

5.7.2.4.1 校准曲线的绘制

5.7.2.4.1.1 在 6 个干燥的定砷瓶中,依次加入 0.00 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。

5.7.2.4.1.2 在各定砷瓶中加入 20 mL 氯化亚锡盐酸溶液、5 mL 碘化钾溶液和 1 mL 硫酸铜溶液,摇匀。此时溶液中的酸度 c (以 H^+ 计)应在 1.8 mol/L~2.6 mol/L 之间。于暗处放置 30 min~40 min,加 5 g 无砷锌粒于定砷瓶中,立即将塞有乙酸铅棉花、盛有 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液(吸收液)的吸收管装在定砷瓶上,反应 25 min~35 min(避免阳光直射。如果吸收液挥发太快,应注意补充三氯甲烷)。取下吸收管(勿使吸收液倒吸),用三氯甲烷将吸收液补充至 5.0 mL,混匀。

5.7.2.4.1.3 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。

5.7.2.4.1.4 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。

5.7.2.4.2 测定

称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.2 mg,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(如有不溶物应过滤去除),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。然后按校准曲线的绘制中的 5.7.2.4.1.2 和 5.7.2.4.1.3 步骤操作,测定吸光度。由校准曲线或回归方程得出砷含量的数值。

5.7.2.5 结果计算

砷含量以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(9)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的砷含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=10$);

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

5.7.2.6 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%。

5.8 铅含量的测定

5.8.1 方法提要

向试样中加入二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液使铅螯合,用 4-甲基-2 戊酮萃取,用原子吸收光谱法在波长 283.3 nm 处测定吸光度,求出铅含量。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.8.2.2 硝酸:优级纯。

5.8.2.3 盐酸:优级纯。

5.8.2.4 4-甲基-2 戊酮。

5.8.2.5 硝酸溶液:1+1。

5.8.2.6 氨水溶液:1+1。

5.8.2.7 盐酸溶液:1+3。

5.8.2.8 柠檬酸铵溶液:500 g/L。

5.8.2.9 硫酸铵溶液:400 g/L。

5.8.2.10 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液:100 g/L。

5.8.2.11 铅标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

5.8.2.12 铅标准溶液:0.01 mg/mL。移取 10.00 mL 铅标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 15 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.3 仪器、设备

5.8.3.1 原子吸收光谱仪。

5.8.3.2 铅空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 称取约 5 g 液体试样或 1.5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 水、2 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温。

5.8.4.2 加入 3 mL 柠檬酸铵溶液及 15 mL 硫酸铵溶液,用氨水溶液或盐酸溶液调整 pH 值至 5.0~5.2 (使用 pH 计)。然后加入 3 mL 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液并混合均匀。

5.8.4.3 静置 3 min 后,移入分液漏斗中。依次加入 25.00 mL 4-甲基-2 戊酮,混摇 2 min,再静置 10 min 后,弃去水层,将萃取液收集于干燥的容量瓶中。

5.8.4.4 在仪器的最佳工作条件下,于波长 283.3 nm 处,以试剂空白调零,测其吸光度。

5.8.4.5 分别移取 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 铅标准溶液于 100 mL 烧杯中,加入 2 mL 硝酸溶液,加水至约 30 mL。此系列溶液中铅含量分别为 0 mg、0.025 mg、0.050 mg、0.075 mg。以下按 5.8.4.2~5.8.4.4 操作。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铅含量(mg)为横坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

5.8.5 结果计算

铅含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(10)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

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

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(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 05%。

5.9 镉含量的测定

5.9.1 方法提要

向试样中加入二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液使镉螯合,用 4-甲基-2 戊酮萃取,用原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度,求出镉含量。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.9.2.2 硝酸:优级纯。

5.9.2.3 盐酸:优级纯。

5.9.2.4 4-甲基-2 戊酮。

5.9.2.5 氨水溶液:1+1。

5.9.2.6 盐酸溶液:1+3。

5.9.2.7 硝酸溶液:1+1。

5.9.2.8 柠檬酸铵溶液:500 g/L。

5.9.2.9 硫酸铵溶液:400 g/L。

5.9.2.10 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液:100 g/L。

5.9.2.11 镉标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

5.9.2.12 镉标准溶液:0.005 mg/mL。移取 5.00 mL 镉标准贮备液放入 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.3 仪器、设备

5.9.3.1 原子吸收光谱仪。

5.9.3.2 镉空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 称取约 3 g 液体试样或 1 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 水、1 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温。

5.9.4.2 各加入 3 mL 柠檬酸铵溶液及 15 mL 硫酸铵溶液,用氨水溶液或盐酸溶液调整 pH 值至 5.0~5.2(使用 pH 计)。然后分别加入 3 mL 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液并混合均匀。

5.9.4.3 静置 3 min 后,移入分液漏斗中。加入 25.00 mL 4-甲基-2 戊酮,混摇 2 min,再静置 10 min 后,弃去水层,将萃取液收集于干燥的容量瓶中。

5.9.4.4 在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以试剂空白调零,测其吸光度。

5.9.4.5 分别移取 0.00 mL、0.5 mL、1.5 mL、2.5 mL 镉标准溶液于 100 mL 烧杯中,再分别加入 1 mL 硝酸溶液,加水至约 30 mL。此系列溶液中镉含量分别为 0 mg、0.002 5 mg、0.007 5 mg、0.012 5 mg。以下按 5.9.4.2~5.9.4.4 操作。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量为横坐标,绘制校准曲线或计算回归方程。

5.9.5 结果计算

镉含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

m ——由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_0 ——试料的质量的数值,单位为克(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 原子荧光光谱法

5.10.1.1 方法提要

试样经酸加热消解后,在酸性介质中,试样中的汞被硼氢化钾(KBH₄)还原成原子态汞,由载气(氩气)带入原子器中,在特制汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态,在去活化到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与汞含量成正比,与标准系列比较定量。

5.10.1.2 试剂和材料

5.10.1.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.10.1.2.2 硝酸:优级纯。

5.10.1.2.3 盐酸:优级纯。

5.10.1.2.4 硝酸溶液:1+1。

5.10.1.2.5 盐酸溶液:1+49。

5.10.1.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 3.0 g 氢氧化钠和 0.5 g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中,用水溶解并稀释至 1 000 mL。该溶液现用现配。

5.10.1.2.7 汞标准贮备溶液(I):0.1 mg/mL。

5.10.1.2.8 汞标准贮备溶液(II):5 μg/mL。移取 5 mL 汞标准贮备溶液(I)于 100 mL 容量瓶中,加入 0.05 g 重铬酸钾、5 mL 硝酸,用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.10.1.2.9 汞标准溶液:0.05 μg/mL。移取 1 mL 汞标准贮备溶液(II)置于 100 mL 容量瓶中,加入 0.05 g 重铬酸钾、5 mL 硝酸,用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.10.1.3 仪器、设备

5.10.1.3.1 原子荧光光度计。

5.10.1.3.2 汞空心阴极灯。

5.10.1.4 校准曲线的绘制

5.10.1.4.1 分别取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 汞标准溶液于 6 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 硝酸,稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中汞含量分别为 0 μg/L、1 μg/L、2 μg/L、3 μg/L、4 μg/L、5 μg/L。

5.10.1.4.2 仪器稳定后,以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂,以盐酸溶液为载流溶液,在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标,相对应的汞的质量浓度(μg/L)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

5.10.1.5 分析步骤

5.10.1.5.1 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。

5.10.1.5.2 样品的测定

称取约 1 g 液体试样或 0.5 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水、1 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 硝酸,用水稀释至刻度,摇匀。按 5.10.1.4.2 的步骤进行测定(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤后测定),由校准曲线或回归方程得出汞含量。

5.10.1.6 结果计算

汞含量以质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的汞的质量浓度的数值,单位为微克每升(μg/L);

V ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)($V=100$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.10.1.7 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 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.10.2.2.2 硫酸:优级纯。

5.10.2.2.3 硝酸:优级纯。

5.10.2.2.4 盐酸:优级纯。

5.10.2.2.5 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,混匀。

5.10.2.2.6 硫酸溶液:1+71。

5.10.2.2.7 硝酸溶液:1+1。

5.10.2.2.8 盐酸溶液:1+11。

5.10.2.2.9 高锰酸钾溶液:10 g/L。

5.10.2.2.10 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

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

5.10.2.2.12 汞标准储备液:0.1 mg/mL。

5.10.2.2.13 汞标准溶液:0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。移取汞标准储备溶液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硫酸溶液稀释至刻度。再从中移取 10.00 mL 上述溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸溶液稀释至刻度。

5.10.2.3 仪器、设备

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 校准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0.00 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汽为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生汞蒸汽的吸光度。

以汞含量(μg)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。

5.10.2.4.2 测定

称取约 10 g 液体试样或 3 g 固体试样,精确至 0.2 mg,溶解后转移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至

刻度,摇匀,此溶液为试液 C。

移取 5 mL 试液 C 置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水、1 mL 硝酸溶液,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 50 mL 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,测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸汽的吸光度。

5.10.2.5 结果计算

汞含量以质量分数 w_s 计,数值以 % 表示,按式(13)计算:

$$w_s = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 V_1 / V_c} \times 100 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

m ——由校准曲线查得或回归方程计算出的汞含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

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

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

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 铬含量的测定

5.11.1 方法提要

采用电加热原子吸收光谱法,在波长 429.0 nm 处测定铬原子的吸光度,求出铬含量。

5.11.2 试剂与材料

5.11.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.11.2.2 硝酸:优级纯。

5.11.2.3 硝酸溶液:1+1。

5.11.2.4 铬标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

5.11.2.5 铬标准溶液:移取 10.00 mL 铬标准贮备溶液于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 0.001 mg Cr。

5.11.3 仪器、设备

5.11.3.1 原子吸收光谱仪:配有铬空心阴极灯。

5.11.3.2 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。

5.11.3.3 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。

5.11.3.4 发热炉:石墨或耐高温金属制。

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铬标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中,加 1 mL 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 429.0 nm 处测其吸光度。以铬标准溶液的质量浓度(μ g/L)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。

5.11.4.2 测定

称取约 3 g 液体试液或 1 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,1 mL 硝酸溶液,盖上表面皿置于电炉上煮沸约 1 min。冷却后转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液为试液 D。

移取 5 mL 试液 D(如有浑浊,使用中速定量滤纸干过滤)置于 50 mL 容量瓶中,以下按 5.11.4.1 操作。由校准曲线查得或回归方程计算出铬的质量浓度。

5.11.5 结果计算

铬含量以质量分数 w_9 计,数值以 % 表示,按式(14)计算:

$$w_9 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m V_1 / V_D} \times 100 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

ρ ——校准曲线查得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($\mu\text{g/L}$);

V ——测定时试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

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

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

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 5%。

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,每 3 个月至少进行一次型式检验。其中密度、氧化铝、盐基度、不溶物、pH 值、铁等指标项目应逐批检验。若需判定每批聚氯化铝的混凝性能,参见附录 A。

6.2 每批产品液体应不超过 200 t,固体应不超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

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 100 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、干燥的塑料瓶中,密封。

对于用贮罐装运的液体产品,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、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。

6.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合要求。

6.5 检验结果中如果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。核验结果仍有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 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、净质量、批

号和生产日期、标准编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

7.2 氯化铝(固体)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 规定的塑料编织袋或依客户要求而定。

7.3 氯化铝(液体)采用聚乙烯塑料桶包装或耐酸贮罐装运。

7.4 氯化铝在运输过程中应有遮盖物,避免雨淋、受潮。

7.5 氯化铝应贮存在通风干燥的库房内。液体产品贮存期为六个月,固体产品贮存期为一年。

附 录 A
(资料性附录)
混凝性能的判定

A.1 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。

A.2 仪器、设备

A.2.1 混凝沉淀试验搅拌机。

A.2.2 散射光浊度仪。

A.3 混凝沉淀试验

A.3.1 聚氯化铝稀释液的配置

称取聚氯化铝试样,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。

A.3.2 试验程序的设置

A.3.2.1 混合阶段:设置转速为 500 r/min~1 000 r/min,时间为 30 s~60 s。

A.3.2.2 絮凝阶段:设置转速为 20 r/min~200 r/min,时间为 10 min~30 min。

A.3.2.3 沉淀阶段:时间为 10 min~30 min。

A.3.3 测定步骤

A.3.3.1 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。

A.3.3.2 启动混凝沉淀试验搅拌机,试验参照程序 A.3.2 进行。沉淀时间到,取澄清水样,测定剩余浊度等水质指标。

A.3.3.3 试验期间,同时观测絮凝体形成时间、形状、大小和沉降状况,并做记录。

A.4 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他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。