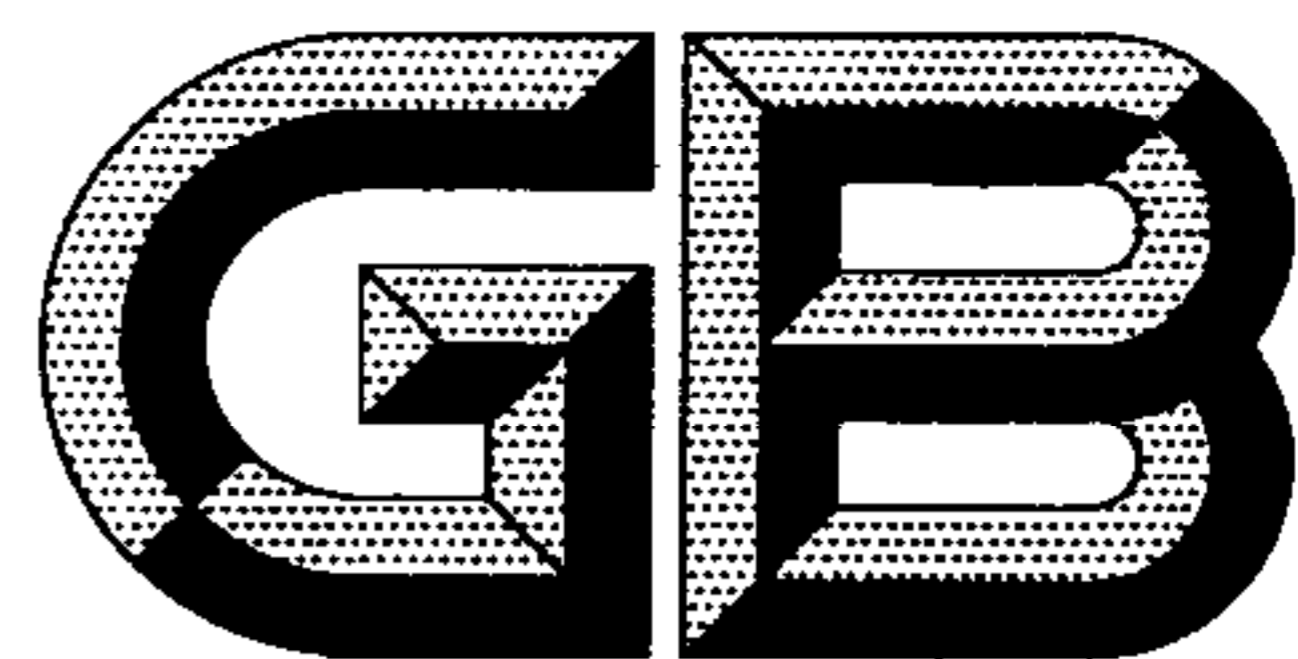


ICS 71.100.99
G 77



中华人民共和国国家标准

GB/T 29341—2012

水处理剂用铝酸钙

Calcium aluminate for water treatment chemicals

2012-12-31 发布

2013-08-01 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 产品分类	1
4 技术要求	1
5 试验方法	2
5.1 通则	2
5.2 氧化铝(以 Al ₂ O ₃ 计)含量的测定	2
5.3 氧化钙(CaO)含量的测定	3
5.4 过滤时间的测定	4
5.5 酸不溶物含量的测定	5
5.6 可溶氧化铝含量的测定	6
5.7 铅含量的测定	7
5.8 铬含量的测定	8
5.9 砷含量的测定(砷斑法)	9
5.10 镉含量的测定	9
6 检验规则	10
7 标志、标签和包装	11

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准起草单位：深圳市中润水工业技术发展公司、河南科泰净水材料有限公司、太仓市新星轻工助剂厂、新密北方耐火工业有限公司、凯里市鑫泰熔料有限公司、新密市开阳特种建材有限公司、中海油天津化工研究设计院、江门市慧信净水材料有限公司、广西绿石环保材料有限公司、宁波顺帆净水剂有限公司、同济大学、重庆大学。

本标准主要起草人：李润生、周秋涛、陶福棠、张佳丽、侯玉明、付永亮、朱传俊、谭铭卓、欧卫华、张德明。

水处理剂用铝酸钙

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用铝酸钙的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂用铝酸钙。该产品主要用于饮用水、工业用水和各种废水处理用聚氯化铝的生产原料。

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 191—2008,ISO 780:1997,MOD)

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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 610 化学试剂 砷测定通用方法(GB/T 610—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1345—2005 水泥细度检验方法 筛析法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 9774 水泥包装袋

GB/T 12573 水泥取样方法

3 产品分类

水处理剂用铝酸钙按用途分为两类:Ⅰ类:生活饮用水用聚氯化铝生产用原料;Ⅱ类:工业用水和各种废水用聚氯化铝生产用原料。

4 技术要求

4.1 外观:灰白色至褐红色粉末。

4.2 细度:铝酸钙细度按 GB/T 1345—2005 测定 0.080 mm 方孔筛筛余物在 15%~30%之间。

4.3 水处理剂用铝酸钙按相应的试验方法测定应符合表 1 规定。

表 1

指标名称	I类		II类		试验方法	
	优等品	合格品	优等品	合格品		
氧化铝(以 Al ₂ O ₃ 计)质量分数/%	≥	54.0	52.0	54.0	52.0	5.2
氧化钙(CaO)质量分数/%		28.0~34.0				5.3
过滤时间/min	≤	3.0	5.0	3.0	5.0	5.4
酸不溶物质量分数/%	≤	12.0	15.0	12.0	15.0	5.5
可溶氧化铝(以 Al ₂ O ₃ 计)质量分数/%	≥	49.0	47.0	49.0	47.0	5.6
铅(Pb)质量分数/%	≤	0.003		0.005		5.7
铬(Cr)质量分数/%	≤	0.02		0.05		5.8
砷(As)质量分数/%	≤	0.000 3		0.000 5		5.9
镉(Cd)质量分数/%	≤	0.000 1		0.000 5		5.10

5 试验方法

5.1 通则

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

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

5.2 氧化铝(以 Al₂O₃ 计)含量的测定

5.2.1 方法提要

在 pH 值 4.3 时使乙二胺四乙酸二钠(EDTA)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的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.2.2.2 氢氧化钠。

5.2.2.3 盐酸溶液:1+1。

5.2.2.4 硝酸溶液:1+1。

5.2.2.5 氨水溶液:1+1。

5.2.2.6 缓冲溶液:将 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,此溶液 pH 值为 4.3。

5.2.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.025 mol/L。

5.2.2.8 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4)$ 约 0.025 mol/L。

5.2.2.9 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂溶液:将 0.2 g PAN 溶于 100 mL 体积分数为 95%乙醇溶液中。

5.2.3 测定步骤

称取约 0.5 g 试样(m),精确至 0.2 mg,置于银坩埚中,加入约 3 g~5 g 氢氧化钠,在 600 °C~700 °C 的高温下熔融 20 min~30 min 后,取出冷却。将坩埚放入已盛有 100 mL 近沸腾水的烧杯中,盖上表面皿,在电炉上加热,待熔块完全浸出后,取出坩埚,用少量盐酸溶液洗净坩埚和盖后用水冲洗。在搅拌下加入 20 mL~30 mL 盐酸溶液和 10 滴硝酸溶液,将溶液加热至沸。冷却后,移入 250 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A,供测定氧化铝和氧化钙。

移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加入乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液 30.00 mL,加水至约 100 mL,将溶液加热至 70 °C~80 °C,用氨水溶液调节溶液 pH 值 3.5~4.0,加 15 mL 缓冲溶液,煮沸 2 min,取下稍冷,加五滴至六滴 PAN 指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

5.2.4 结果计算

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 c_1 / 1\,000 - V c / 1\,000) M / 2}{m \times 25 / 250} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——移取乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定时试液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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氧化铝摩尔质量的数值,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)。

5.2.5 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 0.35%。

5.3 氧化钙(CaO)含量的测定

5.3.1 方法提要

在酸性溶液中加入适量氟化钾,以抑制硅酸和硼的干扰,然后在 pH 值 13 以上的条件下,以三乙醇胺为掩蔽剂,用 CMP 混合指示剂或 MTB 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.3.2.2 氟化钾溶液:20 g/L。

5.3.2.3 三乙醇胺溶液:1+2。

5.3.2.4 氢氧化钾溶液:200 g/L。将 200 g 氢氧化钾(KOH)溶于水,稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

5.3.2.5 钙黄绿素-甲基百里香酚蓝-酚酞混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂):称取 1.000 g 钙黄绿素、1.000 g 甲基百里香酚蓝、0.200 g 酚酞与 50 g 在 105 °C 烘干过的硝酸钾混合研磨,保存于磨口瓶中。

5.3.2.6 甲基百里香酚蓝指示剂(简称 MTB 指示剂):将 1 g 甲基百里香酚蓝与 20 g 已于 105 °C~110 °C 烘干的硝酸钾混合研细,储存于磨口瓶中。

5.3.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:同 5.2.2.7。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 CMP 混合指示剂滴定法——仲裁法

移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加 5 mL 氟化钾溶液,搅拌并放置 2 min,用水稀释至约 150 mL。加 10 mL 三乙醇胺溶液和适量的 CMP 混合指示剂,在搅拌下加氢氧化钾溶液至出现绿色荧光后再过量 7 mL~8 mL,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈红色。

5.3.3.2 MTB 指示剂滴定法

移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至约 150 mL。加 5 mL 三乙醇胺溶液和适量的 MBT 指示剂,在搅拌下加氢氧化钾溶液,至出现稳定的蓝色后再过量 3 mL,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准液滴定至蓝色消失呈淡灰色。

5.3.4 结果计算

氧化钙(CaO)含量以质量分数 w_2 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{Vc_1 \times M_1 / 1\,000}{m \times 25/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V ——滴定时消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_1 ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_1 ——氧化钙摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_1 = 56.08$);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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 0.25%。

5.4 过滤时间的测定

5.4.1 方法提要

将试样放入氯化铝或盐酸溶液中,沸腾回流反应 60 min,冷却过滤,测定过滤时间。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 氯化铝溶液(以 Al_2O_3 计):约 60.0 g/L。

5.4.2.1.1 配制:将 293 g 氯化铝($AlCl_3 \cdot 6H_2O$)溶于水,稀释至 1 000 mL。

5.4.2.1.2 标定:移取 10.00 mL 氯化铝溶液,置于 250 mL 容量瓶,加水至刻线,摇匀。移取 10.00 mL 此溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 30.00 mL 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液,用水稀释至约 100 mL。将溶液加热至 70 °C~80 °C,用氨水溶液调节溶液 pH 值 3.5~4.0,加 15 mL 缓冲溶液,煮沸 2 min,取下稍冷,加 5~6 滴 PAN 指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

5.4.2.1.3 氯化铝溶液的质量浓度 ρ (以 Al_2O_3 计,g/L)按式(3)计算:

$$\rho = \frac{(V_1c_1 - Vc)M/2 \times 10^{-3}}{10/1\,000 \times 10/250} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- V_1 ——移取乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 —— 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V —— 滴定时氯化铝溶液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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

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

5.4.2.2 盐酸标准溶液:约 3.0 mol/L。

5.4.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.025 mol/L。

同 5.2.2.7。

5.4.2.4 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4)$ 约 0.025 mol/L。

同 5.2.2.8。

5.4.3 仪器、设备

5.4.3.1 可控加热搅拌反应器:带 45 mm 橄榄型四氟搅拌子。

5.4.3.2 真空吸引器:带真空表。

5.4.3.3 玻璃冷凝回流装置:带 250 mL 磨口三角烧瓶和球型磨口冷凝管。

5.4.3.4 玻璃抽滤装置:带 250 mL 抽滤瓶和直径 80 mm 布氏漏斗。

5.4.3.5 秒表:分度值 0.1 s。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 盐酸溶出法(适用于直接用盐酸与铝酸钙反应生产工艺)

移取 100 mL 盐酸溶液于 250 mL 磨口三角烧瓶中,放入四氟搅拌子。称取试料 16.0 g~17.0 g,精确至 0.01 g(m_1)。在快速搅拌下放入磨口三角烧瓶内,套上磨口球型冷凝管,加热回流反应,自沸腾开始计时,保持沸腾反应 60 min,取下,趁热过滤。

在布氏漏斗内垫上直径 70 mm 中速定量滤纸,在真空状态下倒入反应料液,调节并保持真空度至 $-0.035 \text{ MPa} \sim -0.040 \text{ MPa}$,用秒表测量过滤时间,至滤液抽干为止的时间,即为过滤时间。

用水洗涤磨口三角烧瓶,并用水洗涤滤渣,反复洗滤,每次用水不超过 20 mL。滤液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此为试液 B。

5.4.4.2 氯化铝溶出法

移取 100 mL 氯化铝溶液于 250 mL 磨口三角烧瓶中,放入四氟搅拌子,预热到 70 °C。

根据铝酸钙中氧化钙含量称取适量的试料(m_1),当氧化钙含量为 30%~33%时,称取约 15.0 g;当氧化钙含量 > 33%时,称取约 14.0 g;当氧化钙含量 < 30%时,称取约 16.0 g。精确至 0.01 g。以下操作同 5.4.4.1。

5.4.5 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 20 s。

5.5 酸不溶物含量的测定

5.5.1 仪器、设备

电热恒温干燥箱。

5.5.2 分析步骤

将 5.4.4.1 或 5.4.4.2 中滤纸连同滤渣于 100 °C~105 °C 干燥至恒量。

5.5.3 结果计算

酸不溶物的含量以质量分数 w_3 计,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m - m_0}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m —— 滤纸和滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_0 —— 滤纸的质量的数值,单位为克(g);

m_1 —— 试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.5.4 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 1.0%。

5.6 可溶氧化铝含量的测定

5.6.1 方法提要

在 pH 值 4.3 时使乙二胺四乙酸二钠(EDTA)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的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.6.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.3 氨水溶液:1+1。

5.6.2.4 缓冲溶液:同 5.2.2.6。

5.6.2.5 硫酸铜标准滴定溶液:同 5.2.2.8。

5.6.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:同 5.2.2.7。

5.6.2.7 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示液:同 5.2.2.9。

5.6.3 分析步骤

移取 10.00 mL 试液 B(见 5.4.4)于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。移取 10.00 mL 稀释液于 250 mL 锥形瓶中,加 2 mL 盐酸溶液、10 mL 水,煮沸 1 min,取下。加入乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液 30.00 mL,用氨水溶液调节溶液 pH 值 3.5~4.0,加 15 mL 缓冲溶液,煮沸 2 min,取下稍冷,加 5~6 滴 PAN 指示液,用硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

5.6.4 结果计算

可溶氧化铝的含量以质量分数 w_4 计,按式(5)计算。

$$w_4 = \left\{ \frac{(V_1 c_1 / 1\,000 - V c / 1\,000) M / 2}{10 / 250 \times 10 / 250} - 0.1 \rho \right\} \times 100\% / m_1 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V_1 —— 移取乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 —— 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V —— 滴定时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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

- M ——氧化铝摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$);
 0.1 ——加入氯化铝溶液的体积的数值,单位为升(L);
 ρ ——氯化铝溶液的质量浓度(以 Al_2O_3 计)的数值,单位为克每升(g/L);
 m_1 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.6.5 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 0.35%。

5.7 铅含量的测定

5.7.1 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。

5.7.2 试剂和材料

- 5.7.2.1 水,GB/T 6682,二级。
 5.7.2.2 4-甲基-2 戊酮。
 5.7.2.3 氨水溶液:1+5。
 5.7.2.4 盐酸溶液:1+3。
 5.7.2.5 柠檬酸铵溶液:500 g/L。
 5.7.2.6 硫酸铵溶液:400 g/L。
 5.7.2.7 二乙基二硫代胺基甲酸钠溶液:100 g/L。
 5.7.2.8 铅标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mg Pb。
 5.7.2.9 铅标准溶液:1 mL 含 0.05 mg Pb。移取 25.00 mL 铅标准贮备溶液于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.3 仪器、设备

- 5.7.3.1 原子吸收光谱仪。
 5.7.3.2 铅空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

- 5.7.4.1 分别移取 0.00、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 铅标准溶液于 100 mL 烧杯中,加水至约 25 mL。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(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。
 5.7.4.2 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。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。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铅含量为横坐标,绘制校准曲线。
 5.7.4.3 移取 25 mL 试液 B 于 100 mL 烧杯中,以下按 5.7.4.1 和 5.7.4.2 操作。

5.7.5 结果计算

铅的含量以质量分数 w_5 计,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_1 \times 25/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m ——试样中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.7.6 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0.0003%。

5.8 铬含量的测定

5.8.1 方法提要

用原子吸收火焰光谱法,在波长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。

5.8.2 试剂与材料

5.8.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.8.2.2 铬标准贮备溶液:1 mL溶液含有0.1 mg Cr。

5.8.2.3 铬标准溶液:1 mL溶液含有0.05 mg Cr。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。

5.8.3 仪器、设备

5.8.3.1 原子吸收分光光度计。

5.8.3.2 铬空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 校准曲线的绘制

移取0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL铬标准溶液置于50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为0.00、0.05 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。

5.8.4.2 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。

5.8.5 结果计算

铬的含量以质量分数 w_6 计,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m ——校准曲线中求得的铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——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0.005%。

5.9 砷含量的测定(砷斑法)

5.9.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡把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,砷化氢气体与溴化汞试纸作用,产生棕黄色斑点,与标准色斑目视比较。

5.9.2 试剂与材料

5.9.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.9.2.2 无砷锌粒。

5.9.2.3 碘化钾。

5.9.2.4 硫酸溶液:1+1。

5.9.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

5.9.2.6 砷标准溶液:1 mL溶液含0.001 mg As。将按GB/T 602配制的砷标准溶液稀释100倍。此溶液用时现配。

5.9.2.7 溴化汞试纸。

5.9.2.8 乙酸铅棉花。

5.9.3 仪器、设备

定砷器:见GB/T 610中图1。

5.9.4 分析步骤

移取 $(250/m_1)$ mL试液B,置于定砷器的广口瓶中,加水至约50 mL。加入4 mL硫酸溶液、1 g碘化钾及2 mL氯化亚锡溶液,摇匀,放置15 min。加入3 g无砷锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管塞紧于广口瓶上,于暗处放置1 h。溴化汞试纸所呈黄色不得深于标准色。

标准色斑的制备:移取3 mL或5 mL砷标准溶液,置于定砷器的广口瓶中,与试料同时同样处理。

5.10 镉含量的测定

5.10.1 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。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.10.2.2 4-甲基-2-戊酮。

5.10.2.3 氨水溶液:1+5。

5.10.2.4 盐酸溶液:1+3。

5.10.2.5 硝酸溶液:1+1。

5.10.2.6 硝酸溶液:1+99。

5.10.2.7 柠檬酸铵溶液:500 g/L。

5.10.2.8 硫酸铵溶液:400 g/L。

5.10.2.9 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液:100 g/L。

5.10.2.10 镉标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mg Cd。称取 0.100 g 金属镉(99.9%以上),精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液(1+1),加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.10.2.11 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mg Cd。移取 10.00 mL 镉标准溶液贮备溶液放入 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)稀释至刻度,摇匀。

5.10.3 仪器

5.10.3.1 原子吸收光谱仪。

5.10.3.2 镉空心阴极灯。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 分别移取 0.00、0.50 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液于 100 mL 烧杯中,加水至约 25 mL。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(用 pH 计)。然后分别加入 3 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液并混合均匀。

5.10.4.2 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。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。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。

5.10.4.3 移取 25 mL 试液 B 于 100 mL 烧杯中,以下按 5.10.4.1 和 5.10.4.2 操作。

5.10.5 结果计算

镉含量以质量分数 w_1 计,按式(8)计算:

$$w_1 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_1 \times 25/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.10.6 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 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,三个月至少进行一次型式检验或依据客户要求而定。其中氧化铝(以 Al_2O_3 计)、氧化钙、过滤时间、酸不溶物和可溶氧化铝指标应逐批检验。

6.2 水处理剂用铝酸钙的验收时间为货到之日起 15 d 内。

6.3 水处理剂用铝酸钙每批产品不超过 120 t。

6.4 按 GB/T 12573 取样。每一批号取得的试料分为两份,一份由检验部门按本标准进行检验,另一份密封保存三个月备查。

6.5 检验结果按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

6.6 检查项目如有一项不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果有一

项不符合本标准要求时,该批产品为不合格。

7 标志、标签和包装

- 7.1 水处理剂用铝酸钙的包装袋应符合 GB 9774 标准。每袋净质量 50 kg、500 kg 或依顾客要求而定。
 - 7.2 水处理剂用铝酸钙包装袋上应涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、类别、净含量、批号、生产日期、本标准号以及 GB/T 191 规定的标志“怕雨”。
 - 7.3 每批出厂的水处理剂用铝酸钙都应附有质量检验报告及质量合格证。
 - 7.4 水处理剂用铝酸钙在运输过程中应有遮盖物,避免雨淋、受潮,并保持包装完整,标志清晰。
 - 7.5 水处理剂用铝酸钙应贮存在通风干燥的库房内,产品贮存期为三个月。
-