

GB

中国

国家

标准

汇编

2011年 修订-25

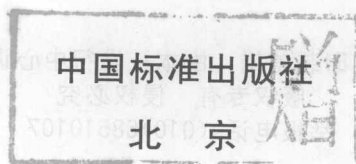
013071816

T-652.6
01-2
2011 V25

中国国家标准汇编

2011 年修订-25

中国标准出版社 编



北航

C1679547

T-652.6
01-2
2011
V25

018170810

中国标准出版社

2011年修订

中国标准出版社

图书在版编目(CIP)数据

中国国家标准汇编:2011年修订.25/中国标准出版社编. —北京:中国标准出版社,2012
ISBN 978-7-5066-6935-1

I. ①中… II. ①中… III. ①国家标准-汇编-中国-2011 IV. ①T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 197069 号

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 38.25 字数 1 043 千字
2012年9月第一版 2012年9月第一次印刷

*

定价 220.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。它在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 《中国国家标准汇编》收入我国每年正式发布的全部国家标准,分为“制定”卷和“修订”卷两种编辑版本。

“制定”卷收入上一年度我国发布的、新制定的国家标准,顺延前年度标准编号分成若干分册,封面和书脊上注明“20××年制定”字样及分册号,分册号一直连续。各分册中的标准是按照标准编号顺序连续排列的,如有标准顺序号缺号的,除特殊情况注明外,暂为空号。

“修订”卷收入上一年度我国发布的、被修订的国家标准,视篇幅分设若干分册,但与“制定”卷分册号无关联,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,……”字样。“修订”卷各分册中的标准,仍按标准编号顺序排列(但不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。需提请读者注意的是,个别非顺延前年度标准编号的新制定的国家标准没有收入在“制定”卷中,而是收入在“修订”卷中。

读者配套购买《中国国家标准汇编》“制定”卷和“修订”卷则可收齐由我社出版的上一年度我国制定和修订的全部国家标准。

3. 由于读者需求的变化,自 1996 年起,《中国国家标准汇编》仅出版精装本。

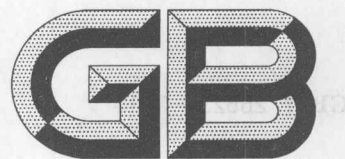
4. 2011 年我国制修订国家标准共 1 989 项。本分册为“2011 年修订-25”,收入新制修订的国家标准 37 项。

中国标准出版社

2012 年 8 月

目 录

GB/T 26523—2011	精制硫酸钴	1
GB/T 26524—2011	精制硫酸镍	19
GB/T 26525—2011	精制氯化钴	43
GB/T 26526—2011	热塑性弹性体 低烟无卤阻燃材料规范	59
GB/T 26527—2011	有机硅消泡剂	67
GB/T 26528—2011	防水用弹性体(SBS)改性沥青	73
GB 26529—2011	宗教活动场所和旅游场所燃香安全规范	81
GB/T 26530—2011	地理标志产品 崂山绿茶	85
GB/T 26531—2011	地理标志产品 永春老醋	97
GB/T 26532—2011	地理标志产品 慈溪杨梅	105
GB/T 26533—2011	俄歇电子能谱分析方法通则	113
GB/T 26534—2011	山杏封沙育林技术规程	123
GB/T 26535—2011	国家重要湿地确定指标	137
GB/T 26536—2011	竹条	143
GB 26537—2011	钢纤维混凝土检查井盖	151
GB 26538—2011	烧结保温砖和保温砌块	167
GB 26539—2011	防静电陶瓷砖	181
GB 26540—2011	外墙外保温系统用钢丝网架模塑聚苯乙烯板	191
GB 26541—2011	蒸压粉煤灰多孔砖	203
GB/T 26542—2011	陶瓷砖防滑性试验方法	215
GB/T 26543—2011	活体动物航空运输包装通用要求	221
GB/T 26544—2011	水产品航空运输包装通用要求	263
GB 26545—2011	建筑施工机械与设备 钻孔设备安全规范	271
GB/T 26546—2011	工程机械减轻环境负担的技术指南	331
GB/T 26547—2011	螺纹紧固件用回转式工具 性能试验方法	365
GB/T 26548.2—2011	手持便携式动力工具 振动试验方法 第2部分:气扳机、螺母扳手和 螺丝刀	380
GB/T 26549—2011	涡轮增压器可变喷嘴环 通用技术条件	411
GB/T 26550—2011	粮食干燥机同比热效率的测试与评价	419
GB/T 26551—2011	畜牧机械 粗饲料切碎机	445
GB/T 26552—2011	畜牧机械 粗饲料压块机	457
GB/T 26553—2011	印刷机械 热敏型计算机直接制版机	467
GB/T 26554—2011	印刷机械 卷筒纸柔版印线分切机	477
GB/T 26555—2011	印刷机械 网版印刷铝合金网框	489
GB/T 26556—2011	承压设备带压密封剂技术条件	497
GB 26557—2011	吊笼有垂直导向的人货两用施工升降机	505
GB/T 26558—2011	桅杆起重机	553
GB/T 26559—2011	机械式停车设备 分类	593



中华人民共和国国家标准

本标准按照GB/T 1.1—2009

GB/T 26523—2011

本标准按照GB/T 1.1—2009

本标准按照GB/T 1.1—2009

本标准按照GB/T 1.1—2009

本标准按照GB/T 1.1—2009



2011-05-12 发布

2011-12-01 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

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无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:金川集团有限公司、中海油天津化工研究设计院、吉林吉恩镍业股份有限公司。

本标准主要起草人:卓文、宗红星、刘幽若、王莹、国兴彬。

精制硫酸钴

1 范围

本标准规定了精制硫酸钴的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于主要用于化学工业、电镀工业、电池工业、化学试剂等行业的精制硫酸钴。

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—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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 9724—2007 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 16488—1996 水质 石油类和动植物油的测定 红外光度法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 281.1 (2007 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观: 桃红色晶体。

4.2 精制硫酸钴应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标	
		优等品	一等品
钴(Co), w%	$\geq$	20.5	20.0
镍(Ni), w%	$\leq$	0.001	0.005
锌(Zn), w%	$\leq$	0.001	0.005
铜(Cu), w%	$\leq$	0.001	0.005

表 1 (续)

项 目	指 标	
	优等品	一等品
铅(Pb), w%	≤ 0.001	0.005
镉(Cd), w%	≤ 0.001	0.005
锰(Mn), w%	≤ 0.001	0.005
铁(Fe), w%	≤ 0.001	0.005
镁(Mg), w%	≤ 0.02	0.05
钙(Ca), w%	≤ 0.005	0.05
铬(Cr), w%	≤ 0.001	0.005
汞(Hg), w%	≤ 0.001	0.005
油分, w/%	≤ 0.000 5	0.001
水不溶物, w/%	≤ 0.005	0.01
氯化物(Cl ⁻), w/%	≤ 0.005	0.01
砷(As), w%	≤ 0.001	0.005
pH 值	4.5~6.5	

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性, 操作者应小心谨慎! 如溅到皮肤上或眼睛上应立即用水冲洗, 严重者应立即治疗。使用易燃品时, 严禁使用明火加热。

5.2 一般规定

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 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。标准中所有原子吸收法所用的试剂和水均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 HG/T 3696. 1、HG/T 3696. 2、HG/T 3696. 3 之规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下, 用目视法判定外观。

5.4 钴含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性溶液中, 试验溶液中加入盐酸羟胺将铁还原掩蔽, 钴和硫氰酸根生成硫氰酸钴 $[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$ 蓝色络合物, 在丙酮存在下, 用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液与钴生成络合物, 到达终点时, 蓝色消失。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 盐酸羟胺。

5.4.2.2 硫氰酸铵。

5.4.2.3 丙酮。

5.4.2.4 乙酸铵饱和溶液。

5.4.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.4.3 分析步骤

称取约 0.35 g~0.40 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 水、0.25 g 盐酸羟胺,加 10 g 硫氰酸铵,加 4 mL 乙酸铵饱和溶液,摇匀,再加 50 mL 丙酮,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至蓝色全部消失即为终点。

5.4.4 结果计算

钴含量以钴(Co)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times V \times 10^{-3} \times M}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

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

V ——滴定试验溶液所消耗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);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——钴(Co)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.93$)。

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 0.1。

5.5 镍含量、锌含量、铁含量、铜含量、铅含量、镉含量和锰含量的测定

5.5.1 方法提要

用水溶解试样,用原子吸收分光光度计,以空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 硝酸溶液:1+5。

5.5.2.2 镍标准溶液:1 mL 溶液含镍(Ni)0.1 mg。

用移液管移取 10.0 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.3 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锌标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.4 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.5 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.7 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镉标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.8 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.9 乙炔:高纯。

5.5.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有镍空心阴极灯、锌空心阴极灯、铁空心阴极灯、铜空心阴极灯、铅空心阴极灯、镉空心阴极灯和锰空心阴极灯。

5.5.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加水溶解后,转移至 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,加水至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于镍含量、锌含量、铁含量、铜含量、铅含量、镉含量和锰含量的测定,也用于镁含量和钙含量的测定。

用移液管移取四份 25 mL 试验溶液 A,分别置于四个 100 mL 容量瓶中,按表 2 的规定分别加入各种杂质元素标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 各杂质标准溶液移取的体积量

杂质元素	移取标准溶液的体积/mL			
	1	2	3	4
镍	0	1.00	2.00	4.00
锌	0	2.00	4.00	8.00
铁	0	1.00	2.00	4.00
铜	0	1.00	2.00	4.00
铅	0	1.00	2.00	4.00
镉	0	2.50	5.00	10.00
锰	0	0.50	1.00	2.00

在原子吸收分光光度计上,使用空气-乙炔火焰,采用相应的空心阴极灯,选择最佳仪器工作条件,在表 3 给出的元素测定波长下,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

表 3 各杂质元素测定波长

杂质元素	镍	锌	铁	铜	铅	镉	锰
测定波长/nm	352.5	213.9	248.3	324.8	283.3	228.8	279.5

以加入标准溶液的待测元素的质量(mg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为试验溶液中待测元素的质量。

5.5.5 结果计算

金属元素含量以金属单质的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:				
		$w_2 = \frac{m' \times 10^{-3}}{m(25/250)} \times 100$		(2)
式中:				

m' ——由工作曲线查出的被测溶液中被测元素质量的数值,单位为毫克(mg);
 m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。
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;镍含量、锌含量、铁含量、铜含量、铅含量、镉含量和锰含量优等品不大于 0.000 3%、一等品不大于 0.001 0%。

5.6 镁含量、钙含量的测定	
5.6.1 方法提要	

用水溶解试样,用原子吸收分光光度计,以空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

5.6.2 试剂

- 5.6.2.1 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.01 mg。
用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- 5.6.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.01 mg。
用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- 5.6.2.3 乙炔:高纯。

5.6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有镁空心阴极灯和钙空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

- 5.6.4.1 镁含量的测定
取 10 mL 试验溶液 A(5.5.4)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
用移液管移取四份 10 mL 上述试验溶液,分别置于四个 100 mL 容量瓶中,按表 4 的规定分别加入镁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 4 镁标准溶液移取的体积量

杂质元素	移取标准溶液的体积/mL			
	1	2	3	4
镁	0	1.00	2.00	4.00

5.6.4.2 钙含量的测定

用移液管移取四份 10 mL 试验溶液 A(5.5.4),分别置于四个 100 mL 容量瓶中,按表 5 的规定分别加入钙标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 5 钙标准溶液移取的体积量

杂质元素	移取标准溶液的体积/mL			
	1	2	3	4
钙	0	2.50	5.00	10.00

在原子吸收分光光度计上,使用空气-乙炔火焰,用相应的空心阴极灯,选择最佳仪器工作条件,在表 6 给出的元素测定波长下,用水调零,测量上述溶液的吸光度。

表 6 各杂质元素测定波长

杂质元素	镁	钙
测定波长/nm	285.2	422.7

以加入标准溶液的待测元素的质量(mg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为试验溶液中待测元素的质量。

5.6.5 结果计算

镁含量以镁(Mg)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m' \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{250} \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

钙含量以(Ca)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m' \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中:

m' ——由工作曲线查出的被测溶液中被测元素质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——5.5.4 中称取的试料的质量的数值,单位为克(g)。

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:镁含量、钙含量优等品不大于 0.000 5%、一等品不大于 0.001 0%。

5.7 铁含量的测定(仲裁法)

5.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

5.7.2 试剂

4-甲基-2-戊酮,其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.7.3 仪器设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 的 6.3 操作,选用 4 cm 或 5 cm 吸收池及对应的铁标准溶液用量,绘制工作

曲线。

5.7.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A(5.5.4)和 25 mL 空白试验溶液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,加 10 mL 水、40 mL 盐酸、20 mL 4-甲基-2-戊酮,振摇 1 min,静置分层后弃去水相。往分液漏斗中加 20 mL 水,振摇 1 min,静置分层。水相移入 100 mL 容量瓶中,往分液漏斗中再加 5 mL 水,振摇 30 s,静置分层。水相移入同一容量瓶中,加水至约 60 mL,用氨水溶液(1+8)调节试验溶液和空白试验溶液的 pH 为 2(用精密 pH 试纸检验)。分别加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 缓冲溶液、5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

选用 4 cm 或 5 cm 吸收池,按照 GB/T 3049—2006 的 6.4 操作。根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

5.7.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——5.5.4 中称取的试料质量的数值,单位为克(g)。

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 2%。

5.8 铬含量的测定

5.8.1 方法提要

在硫酸溶液中,以高锰酸钾氧化铬至六价,六价铬在硫磷混酸溶液中与二苯碳酰二肼生成紫红色络合物,用异戊醇萃取后,在波长 545 nm 下,用分光光度计测量其吸光度。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 亚硝酸钠溶液。

5.8.2.2 硫酸溶液:1+2。

5.8.2.3 磷酸溶液:1+2。

5.8.2.4 尿素溶液:200 g/L。

5.8.2.5 高锰酸钾溶液:40 g/L。

5.8.2.6 二苯碳酰二肼溶液:1 g/L。

称取 0.1 g 二苯碳酰二肼溶于 100 mL 含有 1 mL 硫酸溶液(1+9)的丙酮中,贮存于棕色瓶中。

5.8.2.7 异戊醇。

5.8.2.8 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.005 mg。

配制:用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 50 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.8.3 仪器

5.8.3.1 锥形分液漏斗:125 mL。

5.8.3.2 分光光度计:配有 1 cm 吸收池。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 试验溶液的制备

称取优等品约 2 g、一等品约 0.5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,加入 0.5 mL 硫酸溶液,滴加高锰酸钾溶液至溶液保持紫红色,小心加热煮沸 3 min。冷却后,加入 2 mL 尿素溶液,摇匀,滴加亚硝酸钠溶液至高锰酸钾溶液的紫红色刚好褪去,继续加热煮沸(1~2)min,冷却后加水至约 30 mL,将溶液完全转移至分液漏斗中,加入 0.5 mL 硫酸溶液、0.5 mL 磷酸溶液、2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液,摇匀后加入 10 mL 异戊醇,振摇 2 min,用 1 cm 比色皿在波长 545 nm 处测定有机相吸光度。

5.8.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试料外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试料同时同样处理。

5.8.4.3 工作曲线的绘制

在一组 125 mL 分液漏斗中,加入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铬标准溶液,再分别加入 0.5 mL 硫酸溶液、0.5 mL 磷酸溶液、2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液,加水 50 mL,摇匀后加入 10 mL 异戊醇,振摇 2 min,用 1 cm 比色皿在波长 545 nm 处,测量有机相吸光度。以铬的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铬的质量(mg)。

5.8.5 结果计算

铬含量以铬(Cr)的质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验溶液中铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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 2%。

5.9 汞含量的测定

5.9.1 冷原子吸收光谱法(仲裁法)

5.9.1.1 方法提要

样品溶解在酸性溶液中所含的汞化合物成离子状态存在,加入还原剂还原成原子态(元素汞蒸气)。通过气流带出汞,进入石英管内,在波长为 253.7 nm 处测定汞,在一定浓度范围其吸收值与汞含量成正比,在工作曲线上查得汞含量。

5.9.1.2 试剂

5.9.1.2.1 盐酸溶液:1+4。

5.9.1.2.2 氯化亚锡盐酸溶液:称取 25 g 氯化亚锡溶于 50 mL 热的浓盐酸中,冷却后移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.1.2.3 碘溶液:2.5 g/L。

5.9.1.2.4 汞标准溶液贮备液:1 mL 溶液含汞(Hg)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.9.1.2.5 汞标准溶液 1 mL 溶液含汞(Hg)0.001 mg。

用移液管移取 1 mL 汞标准溶液贮备液置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.9.1.3 仪器设备

5.9.1.3.1 原子吸收分光光度计:具低压汞灯或空心阴极灯。

5.9.1.3.2 快速响应记录仪。

5.9.1.4 分析步骤

5.9.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加 1 mL 盐酸,加水溶解,完全转移至 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.9.1.4.2 工作曲线的绘制

取 5 个 50 mL 容量瓶,按表 7 分别加入汞标准溶液(5.9.1.2.5),稀释至刻度,摇匀。

表 7 汞工作曲线表

分液漏斗编号	1	2	3	4	5
汞标准溶液体积/mL	0	2.00	4.00	6.00	8.00
工作曲线溶液汞的质量/mg	0	0.002	0.004	0.006	0.008

将工作曲线溶液依次吸入氢化物发生器(或等效的装置)于 253.7 nm 波长处,以水调零,测出其吸光度。从各工作曲线溶液的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度,以各溶液中汞的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5.9.1.4.3 试验溶液的测定

取优等品 15 mL、一等品 5 mL 试验溶液,置于 50 mL 容量瓶,用水稀释至刻度。试验溶液按 5.9.1.4.2 中的规定从“吸入氢化物发生器……”开始进行操作,至测定溶液的吸光度。含汞废液参见附录 A 处理。

5.9.1.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中汞的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

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 1%。

5.9.2 冷原子荧光法

5.9.2.1 方法提要

硝酸溶解试样,在酸性溶液中,以氯化亚锡将二价汞离子还原为汞原子,用高纯氩气导入原子荧光吸收池,冷原子荧光法测定。

5.9.2.2 试剂

盐酸溶液(5+95)和 5.9.1.2 中的试剂。

5.9.2.3 仪器设备

原子荧光仪:配有高强度汞空心阴极灯、双泵自动进样器。

5.9.2.4 分析步骤

5.9.2.4.1 工作曲线的绘制

依次分取汞标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL,分别置于 5 个 50 mL 的容量瓶,分别加入 5 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。分别取适量于自动进样台上,将仪器调至最佳工作条件状态,盐酸溶液(5+95)作为载流,硫酸亚锡盐酸溶液作为还原性溶液,测定荧光值。从每个汞标准工作溶液的荧光值中减去空白试验溶液的荧光值,以汞质量为横坐标,荧光值为纵坐标,绘制工作曲线。

5.9.2.4.2 试样测定

优等品称取约 1 g 试样、一等品称取约 0.5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,完全转移至 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液。以下按 5.9.2.4.1 进行操作,测得其荧光值。

5.9.2.5 结果计算

同 5.9.1.5。

5.10 油分含量的测定

5.10.1 方法提要

用水溶解试样,四氯化碳萃取样品溶液中的油类物质,于红外分光光度计上测量其总萃取物。

5.10.2 试剂

同 GB/T 16488—1996 的第 4 章和第 13 章。

5.10.3 仪器设备

同 GB/T 16488—1996 的第 5 章或第 14 章。

5.10.4 分析步骤

称取 5 g(精确到 0.01 g)用适量水溶解于 50 mL 烧杯中,将溶液完全移入分液漏斗,然后按照 GB/T 16488—1996 的 7.1.1 进行萃取,然后按照 7.3 或 16.3 进行测定。