

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 198—2001

饮水用聚合氯化铝卫生标准

Hygienic standard for polyaluminium chloride for drinking water use

2001-07-20发布

2002-01-01实施



中华人民共和国卫生部 发布

中华人民共和国卫生
行业标准
饮水用聚合氯化铝卫生标准

WS/T 198—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码：100045

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 16 千字
2002年6月第一版 2002年6月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号：155066·2-14436 定价 10.00 元
网址 www.bzcbs.com

版权所有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

前　　言

本标准是根据我国饮水用聚合氯化铝的生产和使用现状,参照国外现行相关标准提出了饮水用聚合氯化铝产品的卫生技术要求。标准的内容和方法力求达到国外先进水平,以保证生活饮用水水质符合现行国家卫生标准。

本标准自2001年1月1日起实施。

本标准的附录A是标准的附录。

本标准由卫生部卫生法制与监督司提出。

本标准起草单位:辽宁省卫生防疫站、武汉市卫生防疫站。

本标准主要起草人:陶毅、李连春、杨佐森、罗莉、周秀梅、李汉珍、褚广鑫。

本标准由卫生部委托中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国卫生行业标准

饮水用聚合氯化铝卫生标准

WS/T 198—2001

Hygienic standard for polyaluminium chloride for drinking water use

1 范围

本标准规定了饮水用聚合氯化铝的生产原料、成品的卫生要求。

本标准适用于饮水用聚合氯化铝。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 320—1993 工业用合成盐酸

GB 534—1989 工业硫酸技术条件

GB/T 5009.11—1996 食品中总砷的测定方法

GB/T 5009.12—1996 食品中铅的测定方法

GB/T 5009.15—1996 食品中镉的测定方法

GB/T 5009.17—1996 食品中总汞的测定方法

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 聚合氯化铝(polyaluminium chloride, 分子式: $[Al_2(OH)_nCl_{6-n}]_m$)

以含铝原料(包括铝、氢氧化铝、铝矿石、铝矿粉、粘土)和工业盐酸等为主要原料制得,用于饮用水的净化处理。

4 生产原料要求

4.1 生产饮水用聚合氯化铝的含铝原料,不得使用回收废料及工业再生材料,不得含有影响饮水卫生的成分。

4.2 生产饮水用聚合氯化铝的工业盐酸应达到 GB 320 中优等品要求。

4.3 生产饮水用聚合氯化铝的工业硫酸应达到 GB 534 中优等品或特种硫酸的要求。

5 成品卫生要求

5.1 外观

液体应为无色至淡黄(褐)色悬浊液体,固体应为淡黄色至浅褐色粉末状。

5.2 理化指标

液体聚合氯化铝产品和固体产品加水稀释后(按固体全样品用量的二倍加入去离子水或纯水稀释),应符合表 1 规定。

表 1 理化指标

项 目	指 标
pH	3.5~6
硫酸盐(SO_4^{2-})/%	≤ 3.5
氨氮(N)/%	≤ 0.02
铁(Fe)/%	≤ 0.01
锰(Mn)/(mg/kg)	≤ 25
砷(As)/(mg/kg)	≤ 5
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 2
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 10
汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 0.2
铬(Cr^{6+})/mg/kg	≤ 10

6 检验方法

检验方法中,所用的水指重蒸馏水或去离子水。除特别注明以外,所用的试剂均为分析纯试剂。

6.1 外观

在常温和采光良好条件下,用肉眼观察。液体应为无色至淡黄(褐)色悬浊液体,固体应为淡黄色至浅褐色粉末状。

6.2 理化指标

6.2.1 pH 的测定:见附录 A。

6.2.2 硫酸盐(SO_4^{2-})的测定:见附录 A。

6.2.3 氨氮的测定:见附录 A。

6.2.4 铁的测定:见附录 A。

6.2.5 锰的测定:见附录 A。

6.2.6 砷的测定:按 GB/T 5009.11 执行。

6.2.7 铅的测定:按 GB/T 5009.12 执行。

6.2.8 镉的测定:按 GB/T 5009.15 执行。

6.2.9 汞的测定:按 GB/T 5009.17 执行。

6.2.10 铬的测定:见附录 A。

7 检验规则

7.1 批次

凡一次投料、生产包装完好的产品,均视为一批产品。

7.2 抽样

7.2.1 液体

在每批产品液面的上、中、下部的二分之一处,各取等量样品装入两个带密封磨口塞瓶中,并充分搅匀。每瓶中样品质量不少于 300 g。贴上标签,注明厂名、产品名称、日期、批号、取样日期及取样人姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

7.2.2 固体

由每批产品总袋数的 10% 中取样,若总数少于 50 袋时,选取的袋数不应少于 5 袋。取样时应除去表面 150 mm 厚的聚合氯化铝,以清洁、干燥的采样器从袋口中心垂直插入至二分之一深处取样。总共

取样不得少于 2 kg。将选取的试样充分混匀,以四分法缩分至 1 kg,分别装入两个清洁、干燥的带磨口塞的玻璃瓶中。贴上标签,注明厂名、产品名称、日期、批号、取样日期及取样人姓名。一瓶用于检验,另一瓶密封保存 3 个月备查。

7.3 检验和判定

7.3.1 产品出厂前,须经生产厂的质量检验部门按本标准规定逐批进行检验,检验项目为外观和 pH 值。检验合格并签发质量证明书的产品方可出厂。

7.3.2 有下列情况之一,亦应检验:

- a) 产品试剂制剂型鉴定时;
- b) 生产原料或工艺条件有变动时;
- c) 长期停产再恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次检验结果有较大差异时。

7.3.3 判定

7.3.3.1 检验结果不符合本标准 5.1、5.2 规定时,应重新自两倍量包装中取样进行检验,重新检验的结果,有一项指标不符合要求,则整批产品为不合格。

8 包装、标志、运输和贮存的卫生要求

8.1 产品应采用无毒、密封、防潮的材料包装。液体产品应使用专用槽车、食品级聚乙烯塑料桶或专用陶瓷包装。

8.2 产品外包装上应注明:产品名称、净重、注册商标、厂名和厂址。

8.3 每批产品都应附有卫生质量证明卡,其内容包括生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、有效保存期、净重、产品卫生质量合格证明及本标准编号。

8.4 运输工具必须清洁、卫生,产品不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发性物品混装运输。

8.5 产品的贮存过程应防止有毒、有害、有腐蚀性、易挥发、有异味的物质污染。应避免日晒雨淋。

附录 A (标准的附录)

A1 pH 的测定

A1.1 器材

玻璃电极 pH 计。

A1.2 测定步骤

准确称取 1.0 g 试样移入 100 mL 容量瓶中, 加蒸馏水(电导率: 25 °C, <2 μS/cm)至刻度, 摆匀。移取适量稀释液至烧杯中, 在液温均为 20 °C 条件下, 用玻璃电极 pH 计测定。

A2 硫酸盐的测定

A2.1 方法提要

试样中加硝酸,加热分解,用无水乙醇制成的 60%~40%乙醇溶液加热并加入硝酸铅溶液,使生成硫酸铅沉淀,过滤,沉淀物用 20%乙醇溶液洗净后,使溶于乙酸-乙酸铵溶液中,以铜-吡啶基偶氮萘酚(Cu-PAN)为指示剂,用 EDTA 溶液滴定。

A2.2 试剂

- a) 硝酸铅溶液: 将硝酸铅 $[Pb(NO_3)_3]$ 16.56 g 溶于蒸馏水中, 稀释至 1 000 mL。
 - b) 乙酸-乙酸铵缓冲液(pH 约 4.2): 取乙酸铵 (CH_3COONH_4) 15.42 g, 使其溶于约 500 mL 的蒸馏水中, 加 35 mL 乙酸($\rho_{20^\circ} = 1.06 \text{ g/mL}$), 再加蒸馏水稀释到 1 000 mL。
 - c) 铜-吡啶基偶氮酚(Cu-PAN)指示剂: Cu-PAN 1 g 溶于 60%~70% 乙醇溶液并稀释到 1 000 mL, 使用其上部澄清液。
 - d) 稀乙醇溶液(1+4)。
 - e) 锌标准溶液 [$c(Zn) = 0.02 \text{ mol/L}$]: 将分析纯金属锌粒 1.307 g 装入烧杯中, 加入 6~7 mL 盐酸($\rho_{20^\circ} = 1.19 \text{ g/mL}$)及少量蒸馏水, 并加热溶解。接着, 在水浴上蒸发接近干涸, 加蒸馏水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 加蒸馏水至刻度。
 - f) EDTA-2Na 溶液 [(EDTA-2Na) 约 0.05 mol/L]: 将乙二胺四乙酸二钠 $[C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2]$ 19 g 溶于蒸馏水中, 制成 1 000 mL 的溶液。该溶液的浓度校正系数(F)用式(A1)得出: 将锌标准溶液 [A2.2.e)] 50 mL 注入烧杯中, 加乙酸-乙酸铵缓冲液[A2.2.b)] 约 80 mL, 加热, 滴入所需的 EDTA-2Na 溶液的体积(mL)数(V), 再用式(A1)算出 EDTA-2Na 溶液[A2.2.f)] 的浓度校正系数:

式中： F ——EDTA-2Na 溶液浓度校正系数；

V——滴定时消耗 EDTA-2Na 溶液的体积, mL。

A2.3 测定步骤

- a) 准确地称取试样约 10 g, 放入 500 mL 容量瓶中, 加蒸馏水到刻度, 充分混合。

b) 取上述溶液 20 mL 放入 200 mL 的烧杯中, 加入的硝酸溶液 [$c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/L}$] 22 mL, 加热。接着加蒸馏水 40 mL 左右, 放到 80°C 的水浴中。向杯内加入 30 mL 99.5% 乙醇, 再慢慢地加入约 10 mL 的硝酸铅溶液 [A2. 2. a)], 生成硫酸铅白色沉淀, 保温约 10 min, 使沉淀完全。

c) 烧杯用流水冷却后,用6号定量滤纸过滤,沉淀物用20~30mL的稀乙醇溶液[A2.2.d)]洗净。这个操作重复三次后,沉淀物全部聚集在滤纸上。

d) 沉淀物与滤纸一起放入原来的烧杯中,加入80~100mL乙酸-乙酸铵缓冲液[A2.2.b)],加热,沉淀完全溶解后加入4~5滴Cu-PAN指示剂[A2.2.c)],在液温80℃~100℃条件下,用EDTA-2Na溶液[A2.2.f)]滴定,使红色变为黄色为止。记录消耗EDTA-2Na溶液的体积,再用式(A2)算出硫酸盐含量:

A2.4 计算

$$c_1 = \frac{(V \times F \times 4.803 \times 100)/1000}{m \times (20/50)} \quad \dots \dots \dots \text{ (A2)}$$

式中:
 c_1 ——硫酸盐含量(以硫酸根 SO_4^{2-} 计),%;

m ——试样质量,g;

V ——消耗EDTA-2Na溶液的体积,mL;

F ——EDTA-2Na溶液浓度校正系数;

4.803——1.00mL EDTA-2Na溶液[$c(\text{EDTA-2Na})=1/20\text{ mol/L}$]相当于硫酸根离子的质量,mg。

A3 氨氮的测定

A3.1 方法提要

使铝变成氢氧化物而沉淀,取上部澄清液加入氨试剂,使呈现黄褐色,再与氨标准系列比色。

A3.2 试剂

a) 酒石酸钾钠溶液(500g/L):将酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)100g溶于200mL的蒸馏水中,过滤后,加10mL氨试剂[A3.2.b)]。

b) 氨试剂:将碘化汞(HgI_2)35g与蒸馏水50~70mL放在乳钵中仔细研磨,加碘化钾(KI)25g,溶解后,加氢氧化钠(NaOH)200g溶于800mL左右蒸馏水的碱液。冷却后,将此溶液慢慢地加入酒石酸钾钠溶液[A3.2.a)]中。然后加蒸馏水至1000mL混匀。这一试剂贮于具橡皮塞的褐色瓶中,使用其上部澄清液。

c) 碳酸钠溶液(30g/L):将碳酸钠(Na_2CO_3)6g溶于蒸馏水中,并稀释到200mL。

d) 氨氮标准原液:准确称取105℃~110℃烘烤1h,在干燥器内冷却30min的氯化铵(NH_4Cl)0.3819g于1000mL的容量瓶中,加蒸馏水至刻度。吸取50.0mL放于另1000mL容量瓶中,加蒸馏水至刻度。 $[\rho(\text{N})=0.005\text{ mg/mL}]$

A3.3 仪器

a) 100mL比色管:管长约25cm的具塞、平底、无色试管,在离底部20cm±0.3cm处有100mL的刻度线。

b) 50mL比色管:管长约20cm的具塞、平底、无色的试管,离底部15cm±0.2cm处有50mL的刻度线。

A3.4 测定步骤

a) 准确称取试样约10g,放入500mL容量瓶中,加蒸馏水到刻度。吸取25.0mL于100mL的比色管中。加硫酸溶液[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$]1.5mL,混和后加碳酸钠溶液[A3.2.c)]5mL,加蒸馏水至总体积为100mL,慢慢地混合。静置使氢氧化物沉淀,从上部澄清液中小心地吸取出50.0mL,注入50mL的比色管中。此即为待测液。

b) 另取5支50mL比色管,依次加入1.00,2.00,3.00,4.00和5.00mL的氨氮标准原液,各管中加蒸馏水至刻度,即为标准液。

c) 向待测液与标准液管中,各加酒石酸钾钠溶液[A3.2.a)]2mL及氨试剂[A3.2.b)]1mL,混匀,静置10min。待测液与标准液比色。

A3.5 计算

式中： c_2 ——氨氮的含量(以 N 表示), %;

V——相当于标准原液的体积, mL;

m—样品的质量, g。

A4 铁的测定

A4.1 方法提要

使铁变成亚铁离子，再使它与邻菲绕林(o-phenanthroline)作用，此时呈现的橙红色与标准比色。

A4.2 试剂

a) 盐酸羟胺溶液(10 g/L): 将盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)1 g 溶于蒸馏水中, 稀释至 100 mL, 贮入褐色瓶中。

b) 邻菲绕林溶液: 将盐酸邻菲绕林($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$) 0.24 g 溶于蒸馏水中, 稀释至 100 mL, 或将邻菲绕林 0.2 g 溶于 10 mL 的 95% 乙醇溶液用蒸馏水稀释至 100 mL, 贮入褐色瓶中。

c) 乙酸-乙酸钠缓冲液: 将乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)450 g 溶于 400 mL 的蒸馏水中, 加入乙酸($\rho_{20^\circ}=1.04 \text{ g/mL}$)240 mL, 加入蒸馏水稀释到 1 000 mL。

d) 盐酸溶液:(1+3)。

e) 铁标准原液: 将硫酸亚铁胺[$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]0.702 g 于 50 mL 烧杯中, 加少量蒸馏水溶解, 加 10 mL 盐酸溶液[A4. 2. d)], 倒入 1 000 mL 容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 混匀。

A4.3 仪器

100 mL 比色管: 同 A3. 3. a)。

A4.4 测定步骤

a) 准确称取约 10 g 试样, 装入 500 mL 容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 混匀。将 10 mL 该溶液装入比色管中, 加入 3 mL 的盐酸溶液[A4. 2. d)], 加蒸馏水至 70 mL 左右, 即为待测液。

b) 取 6 支 100 mL 比色管,依次加入 0, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80 和 1.00 mL 铁标准原液,再加入盐酸溶液[A4.2.d)],加蒸馏水至 70 mL 左右,即为标准液。

c) 在待测液和标准液各管中,加入盐酸羟胺溶液[A4. 2. a)]3 mL,邻菲绕林溶液[A4. 2. b)]5 mL、乙酸-乙酸钠缓冲液[A4. 2. c)]15 mL 及蒸馏水,使各管都稀释到 100 mL。至少静置 10 min 后比色。

A4.5 计算

式中： c_3 ——铁的含量，%；

V——相当于标准原液的体积, mL;

m—样品的质量, g。

如用分光光度计，波长应在 510 nm 附近。

A5 钴的测定

A5.1 方法提要:用过硫酸铵使锰氧化成紫红色的高锰酸盐,比色。

A5.2 试剂

a) 催化溶液: 将硫酸汞($HgSO_4$)75 g 或硝酸汞[$2Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$]82 g 溶液于 400 mL 的硝酸($\rho_{20^\circ} = 1.40\text{ g/mL}$)与 200 mL 蒸馏水的混合液中, 其中加入 200 mL 磷酸($\rho_{20^\circ} = 1.69\text{ g/mL}$)及 0.035 g 硝酸银($AgNO_3$), 冷却后用蒸馏水稀释到 1 000 mL。

b) 过硫酸铵 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 。

c) 锰标准原液: 将高锰酸钾 (KMnO_4) 0.2877 g 溶于约 100 mL 蒸馏水中, 加入 10 mL 1 mol/L 硫酸溶液, 加热到 70℃以上, 其中滴入草酸溶液, 使之脱色, 冷却后转入 1 000 mL 容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 混匀。吸取 50.0 mL 于另一个 1 000 mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释到刻度, 混匀。

该溶液 1.00 mL 含 0.005 mg 锰。

A5.3 仪器

50 mL 比色管: 同 A3.3.b)。

A5.4 测定步骤

a) 准确称取试样约 10 g, 装入 500 mL 容量瓶中, 加蒸馏水至刻度, 吸取 20.0 mL 于 100 mL 烧杯中加蒸馏水稀释到 50 mL, 加催化溶液[A5.2.a)] 5 mL, 煮沸使溶液量减少到约 45 mL, 用 3 号滤纸(直径 11 cm)过滤, 制得待测液。

b) 在 5 个烧杯中分别加入 0, 0.50, 1.00, 1.50 和 2.00 mL 的锰标准原液, 加蒸馏水稀释至约 40 mL, 再分别加入 5 mL 的催化溶液[A5.2.a)], 加热到煮沸为止, 即为标准液。待测液和标准液中分 2~3 次各加入约 2 g 过硫酸铵, 煮沸 2 min 左右, 用水冷却。

c) 待测液和标准液分别转入 50 mL 比色管中, 加蒸馏水至刻度, 混匀, 比色。

A5.5 计算

$$c_4 = \frac{V \times 0.005 \times 1000}{(m \times 20)/500} \quad (\text{A5})$$

式中: c_4 ——锰的含量, mg/kg;

V ——相当于标准原液的体积, mL;

m ——样品的质量, g。

如用分光光度计, 波长应在 530 nm 附近。

A6 铬的测定

A6.1 方法提要

将磺基水杨酸(SSA)用于消除大量铝的干扰, 用火焰原子吸收光谱法测定聚合氯化铝中铬。

A6.2 试剂

a) 铬标准溶液: 用分析纯重铬酸钾配制, 其铬浓度为 0.1 g/L。

b) 磺基水杨酸(SSA)溶液: [$c[\text{C}_6\text{H}_5\text{OHCOOH}_3\text{H}] = 1.0 \text{ mol/L}$]。

c) 硝酸: 1+1。

d) 铝标准溶液(5 g/L): 纯铝箔用盐酸溶解而成。

A6.3 仪器

a) 原子吸收光谱仪, 其工作条件为 AA-D 方式, 波长 357.9 nm, 灯电流 5 mA, 负高压 315 V, 狹缝 2 mm, 空气流量 7.8 L/min, 乙炔流量 2.8 L/min。

b) 铬空心阴灯。

A6.4 测定步骤

a) 在 6 只 1.00 mL 锥形瓶中, 依次加入 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 铬标准溶液, 再各加入 2 mL HNO_3 (1+1), 适量去离子水, 在沸水浴加热 1 min, 冷却, 加 SSA 溶液(A6.2.b) 4 mL, 用去离子水定容至刻度, 摆匀。

b) 在选定的仪器条件下, 测定各标准试液的吸光度, 以六价铬含量(μg)为横坐标, 对应吸光度为纵坐标。

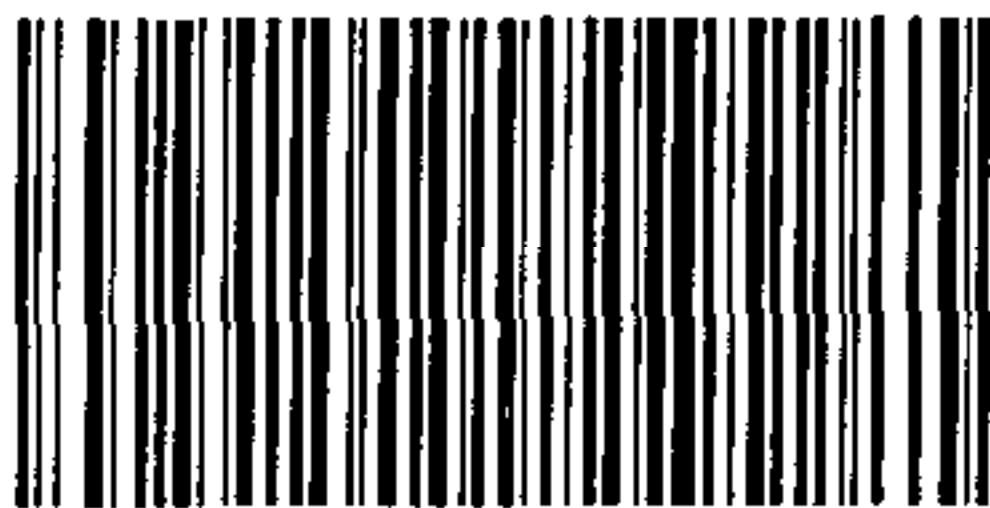
c) 取 20 mL 由测定锰得到的待测液[A5.4.a)] 移入 100 mL 容量瓶中, 以下按[A6.4.a)] 中加入六价铬标准溶液以后的步骤操作, 测定吸光度。

d) 计算。

式中： c_5 ——铬的含量(以 Cr⁶⁺计), mg/kg;

V ——相当于标准原液的体积, mL;

m——样品的质量, g。



WS/T 198-2001

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 2-14436