

团 体 标 准

T/LNUWA 019—2025

水处理剂 PAC 氧化铝含量检测质控方法

Quality control method for detection of aluminum oxide content
in water treatment agent PAC

2025-07-01 发布

2025-07-20 实施

目次

前 言.....II

水处理剂 PAC 氧化铝含量检测质控方法 1

1. 适用范围..... 1

2. 规范性引用文件..... 1

3. 术语和定义..... 1

4. 方法原理..... 1

5. 试剂和材料..... 1

6. 仪器和设备..... 2

7. 样品..... 3

8. 质控步骤..... 3

9. 精密度..... 4

10. 质量保证和质量控制..... 4

11. 记录..... 4

12. 废物处理..... 4

13. 注意事项..... 4

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准规定了水处理剂PAC氧化铝含量检测过程中质量控制的方法及精密度测定允许范围。

本标准由国能辽宁环保产业集团有限公司分析检测中心提出。

本标准由辽宁省城镇供水排水协会归口。

本标准验证单位：大连市水务集团水质监测有限公司、国家能源集团科学技术研究院有限公司沈阳分公司、国能辽宁环保产业集团有限公司材料分公司。

本标准起草单位：国能辽宁环保产业集团有限公司分析检测中心、大连市水务集团水质监测有限公司、国家能源集团科学技术研究院有限公司沈阳分公司、国能辽宁环保产业集团有限公司材料分公司。

本标准主要起草人：张晶、厉昂、黄子明、王大军、王金龙、王健臣、王洋、王子豪、张冀、张莹、范爱萍、刘晓蒙、徐书婧、龙霄、王依诺、胡慧英、李双、张研、赵佳琳、付彬彬、高雅。

水处理剂 PAC 氧化铝含量检测质控方法

1 适用范围

本标准规定了水处理剂PAC氧化铝含量检测过程中质量控制的方法及精密度等测定允许范围。

本标准适用于工业给水、废水和污水及污泥处理用PAC中氧化铝含量检测过程质量控制。

本标准适用于氯化锌标准溶液滴定法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 22627 水处理剂 聚氯化铝

GB/T 6678 化工产品采样总则

HJ 168 环境监测 分析方法标准制修订技术导则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

在水样中加入一定量的硝酸，经两次加热沸腾后，在酸性条件下，加入过量的乙二胺四乙酸二钠溶液使其与铝离子络合，以二甲酚橙为指示剂，用氯化锌标准滴定溶液回滴未被络合的乙二胺四乙酸二钠溶液，由消耗的乙二胺四乙酸二钠溶液的量计算氧化铝含量。

在标准物质中加入一定量的硝酸，经两次加热沸腾后，在酸性条件下，加入过量的乙二胺四乙酸二钠溶液使其与铝离子络合，以二甲酚橙为指示剂，用氯化锌标准滴定溶液回滴未被络合的乙二胺四乙酸二钠溶液，由消耗的乙二胺四乙酸二钠溶液的量计算铝离子的质量浓度。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

5.1 无二氧化碳的水，可按照 GB/T 6682 制备。

5.2 硝酸溶液：1+12。

5.3 氨水溶液：1+1。

5.4 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液：c（EDTA）约 0.02mol/L。称取 7.4448g 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶于水中，用水稀释至 1000ml。

5.5 乙酸~乙酸钠缓冲溶液（ $\text{pH}\approx 5.5$ ）：称取 272 g 乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水中，加 19mL 冰乙酸，用水稀释至 1000mL，摇匀。

5.6 氧化铝标准溶液：0.001g/mL（以 Al_2O_3 计），称取 0.529 3g 高纯铝（ $\geq 99.99\%$ ），精确至 0.2 mg，置于 200 mL 聚乙烯杯中，加入 20mL 水和 3g 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）（5.10）调节至酸性后再加入 10mL，使其透明，冷却后转移至 1000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

5.7 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.02 mol/L。按下列步骤标定。

- a) 配制：称取 2.7g 氯化锌，用盐酸溶液（1+19）溶解并稀释至 1000mL，摇匀。每日临用前，必须按 b) 标定，标定时应做平行双样。
- b) 标定：移取 25.00 mL EDTA 溶液，置于 250mL 锥形瓶中，加入 5mL 硝酸溶液，按 7.1.4~7.1.5 进行操作，读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V_0 。再移取 25.00 mL EDTA 溶液和 15.00 mL 氧化铝标准溶液，置于 250mL 锥形瓶中，加入 5mL 硝酸溶液，按 7.1.4~7.1.5 进行操作，读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V 。
- c) 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：

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

式中：

- ρ ——氧化铝标准溶液的质量浓度，单位为克每毫升（g/mL）（ $\rho=0.001$ ）；
- V_1 ——移取的氧化铝标准溶液的体积，单位为毫升（mL）（ $V_1=15$ ）；
- V_0 ——空白消耗氯化锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V ——试样消耗氯化锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- M ——氧化铝的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），（ $M=101.96$ ）。

5.8 百里香酚蓝指示液：1g/L 乙醇溶液。

5.9 二甲酚橙（四钠盐）指示液：2g/L。

5.10 盐酸溶液（1+1）。

5.11 盐酸溶液（1+19）。

6 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

6.1 加热设备：能使样品沸腾。

6.2 分析天平及实验室常用玻璃器皿：天平及需要校准的玻璃器皿需按期进行检定/校准，结果为合格。

7 样品

7.1 实际样品

按照GB/T 6678采集检测用样品，规范保存。将原始样品稀释2倍和10倍，备检。使用前，混匀检测样品，测定平行双样（从混匀后样品移取、称量起）。

7.1 标准物质

购买市售有证水中铝离子标准物质，浓度为1000mg/L、500mg/L、100mg/L，确认在有效期内使用，并按照证书要求保存。使用前，混匀，测定平行双样（从混匀后样品移取起）。

8 质控步骤

8.1 实际样品测定

按照GB/T 22627中氧化铝含量氯化锌标准溶液滴定法进行实际样品的测定。

8.2 标准物质测定

8.2.1 移取 5.00mL 标准物质（7.2），置于 250mL 锥形瓶中。

8.2.2 加入 5mL 硝酸溶液（5.2），煮沸 1min。冷却至室温后加入 25.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液（5.4）。

8.2.3 滴加三至四滴百里香酚蓝指示液（5.8），用氨水溶液（5.3）中和至试液从红色到黄色，煮沸 2min。

8.2.4 冷却后加入 10mL 乙酸~乙酸钠缓冲溶液（5.5）和两滴二甲酚橙指示液（5.9），加入 50mL 无二氧化碳水（5.1），用氯化锌标准滴定溶液（5.7）滴定至溶液由淡黄色变为微红色即为终点。

8.2.5 按 8.2.1~8.2.4 相同的步骤以 5.00mL 实验用水（5.1）代替样品进行空白试验。

8.3 实际样品的结果计算

实际样品氧化铝（Al₂O₃）含量按照GB/T 22627中氧化铝含量氯化锌标准溶液滴定法进行计算。

8.4 标准物质的结果计算

铝离子（Al³⁺）含量以浓度 ρ 计，数值以 mg/L 表示，按式（2）计算：

$$n = \frac{(V_0 - V)cM \times 10^3}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V₀ ——空白试验消耗氯化锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V ——试样消耗氯化锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

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

V_1 ——移取试液 A 的体积，单位为毫升（mL），（ $V_1=5$ ）。

9 精密度

四家实验室按照HJ 168分别对氧化铝含量为10%、5%和1%的实际样品进平行6次测定，实验室内相对标准偏差分别为0.13%~0.67%，0.27%~0.85%，0.98%~5.51%；实验室间相对标准偏差分别为3.20%、4.17%和12.9%；重复性限 r 分别为0.14%、0.10%和0.14%；再现性限 R 分别为1.38%、0.95%和0.64%。

四家实验室按照HJ 168分别对铝离子浓度为1000mg/L、500mg/L和100mg/L有证标准溶液进行平行6次测定，实验室内相对标准偏差分别为0.25%~1.42%，0.38%~2.15%，0.91%~5.41%；实验室间相对标准偏差分别为0.89%、1.17%和4.08%；重复性限 r 分别为25.8mg/L、19.3mg/L和11.6mg/L；再现性限 R 分别为42.4mg/L、29.0mg/L和19.8mg/L。

10 质量保证和质量控制

10.1 每批样品应至少做两个空白试验。

10.2 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%。

10.3 实验室在开展检测过程中，需要按照以上过程和精密度数值进行控制。

10.4 实验室内、实验室间应定期开展人员和设备比对进行质控。

11 记录

11.1 记录内容

至少包括记录的名称、编号；样品名称、编号和状态、检测日期；检测仪器设备的名称、编号；检测环境条件；检测项目及检测方法信息；检测原始数据、检测过程；分析检测员和复核人员签字信息等。

11.2 记录填写要求

应在检测的同时由分析检测员用黑色碳素笔填写，无需填写的项目进行划线标识，填写内容应真实，字迹清晰，用词准确；严禁追记补记原始记录。如需改动的错误值应划双横线，将正确值填写在旁边空白处，并由改动人签上姓名和日期。

11.3 数据的读取、有效位数的确定必须与检测方法相适应，记载的文字和数据必须真实。数字修约和有效数字表示必须符合 GB/T 8170 中规定。

11.4 当弃用检测数据时，分析检测员需对弃用原因进行记录。

12 废物处理

实验室产生的废液统一收集，委托有资质单位集中处理。

13 注意事项

13.1 煮沸过程中，确保时间的准确，以免烧干或消解不够。.

13.2 氨水加入量根据样品实际情况滴加，避免过量或少加，对颜色变化产生影响。

全国团体标准信息平台