

ICS 71.040.30
G 60



中华人民共和国国家标准

GB/T 6682—2008
代替 GB/T 6682—1992

分析实验室用水规格和试验方法

Water for analytical laboratory use—
Specification and test methods

(ISO 3696:1987, MOD)

2008-05-15 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 3696:1987《分析实验室用水规格和试验方法》(英文版)。

考虑我国国情,本标准在采用 ISO 3696:1987 时做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ISO 3696:1987 章条编号对照一览表。在附录 B 中给出了本标准与 ISO 3696:1987 技术性差异及其原因一览表以供参考。

本标准代替 GB/T 6682—1992《分析实验室用水规格和试验方法》,与 GB/T 6682—1992 相比主要变化如下:

——增加了实验报告(本版的第 8 章)。

本标准的附录 C 为规范性附录,附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云、陈红。

本标准于 1986 年首次发布,于 1992 年第一次修订。

分析实验室用水规格和试验方法

1 范围

本标准规定了分析实验室用水的级别、规格、取样及贮存、试验方法和试验报告。

本标准适用于化学分析和无机痕量分析等试验用水。可根据实际工作需要选用不同级别的水。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则(GB/T 9724—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法(GB/T 9740—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

3 外观

分析实验室用水目视观察应为无色透明液体。

4 级别

分析实验室用水的原水应为饮用水或适当纯度的水。

分析实验室用水共分三个级别:一级水、二级水和三级水。

4.1 一级水

一级水用于有严格要求的分析试验,包括对颗粒有要求的试验。如高效液相色谱分析用水。

一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。

4.2 二级水

二级水用于无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水。

二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

4.3 三级水

三级水用于一般化学分析试验。

三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

5 规格

分析实验室用水的规格见表1。

表 1

名 称	一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(mS/m)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质含量(以 O 计)/(mg/L)	—	≤0.08	≤0.4
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
蒸发残渣(105℃±2℃)含量/(mg/L)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)含量/(mg/L)	≤0.01	≤0.02	—
注 1: 由于在一级水、二级水的纯度下,难于测定其真实的 pH 值,因此,对一级水、二级水的 pH 值范围不做规定。 注 2: 由于在一级水的纯度下,难于测定可氧化物质和蒸发残渣,对其限量不做规定。可用其他条件和制备方法 来保证一级水的质量。			

6 取样及贮存

6.1 容器

6.1.1 各级用水均使用密闭的、专用聚乙烯容器。三级水也可使用密闭、专用的玻璃容器。

6.1.2 新容器在使用前需用盐酸溶液(质量分数为 20%)浸泡 2 d~3 d,再用待测水反复冲洗,并注满待测水浸泡 6 h 以上。

6.2 取样

按本标准进行试验,至少应取 3 L 有代表性水样。

取样前用待测水反复清洗容器,取样时要避免沾污。水样应注满容器。

6.3 贮存

各级用水在贮存期间,其沾污的主要来源是容器可溶成分的溶解、空气中二氧化碳和其他杂质。因此,一级水不可贮存,使用前制备。二级水、三级水可适量制备,分别贮存在预先经同级水清洗过的相应容器中。

各级用水在运输过程中应避免沾污。

7 试验方法

在试验方法中,各项试验必须在洁净环境中进行,并采取适当措施,以避免试样的沾污。水样均按精确至 0.1 mL 量取,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

试验中均使用分析纯试剂和相应级别的水。

7.1 pH 值

量取 100 mL 水样,按 GB/T 9724 的规定测定。

7.2 电导率

7.2.1 仪器

7.2.1.1 用于一、二级水测定的电导仪:配备电极常数为 $0.01 \text{ cm}^{-1} \sim 0.1 \text{ cm}^{-1}$ 的“在线”电导池。并具有温度自动补偿功能。

若电导仪不具温度补偿功能,可装“在线”热交换器,使测定时水温控制在 $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 。或记录水温度,按附录 C 进行换算。

7.2.1.2 用于三级水测定的电导仪:配备电极常数为 $0.1 \text{ cm}^{-1} \sim 1 \text{ cm}^{-1}$ 的电导池。并具有温度自动补偿功能。

若电导仪不具温度补偿功能,可装恒温水浴槽,使待测水样温度控制在 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。或记录水温度,按附录 C 进行换算。

7.2.2 测定步骤

7.2.2.1 按电导仪说明书安装调试仪器。

7.2.2.2 一、二级水的测量:将电导池装在水处理装置流动出水口处,调节水流速,赶净管道及电导池内的气泡,即可进行测量。

7.2.2.3 三级水的测量:取 400 mL 水样于锥形瓶中,插入电导池后即可进行测量。

7.2.3 注意事项

测量用的电导仪和电导池应定期进行检定。

7.3 可氧化物质

7.3.1 试剂的制备

7.3.1.1 硫酸溶液(20%)

按 GB/T 603 的规定配制。

7.3.1.2 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$]

按 GB/T 601 的规定配制。

7.3.2 测定步骤

量取 1 000 mL 二级水,注入烧杯中,加入 5.0 mL 硫酸溶液(20%),混匀。

量取 200 mL 三级水,注入烧杯中,加入 1.0 mL 硫酸溶液(20%),混匀。

在上述已酸化的试液中,分别加入 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4 = 0.01 \text{ mol/L}$),混匀,盖上表面皿,加热至沸并保持 5 min。溶液的粉红色不得完全消失。

7.4 吸光度

按 GB/T 9721 的规定测定。

7.4.1 仪器条件

石英吸收池;厚度 1 cm 和 2 cm。

7.4.2 测定步骤

将水样分别注入 1 cm 及 2 cm 吸收池中,于 254 nm 处,以 1 cm 吸收池中水样为参比,测定 2 cm 吸收池中水样的吸光度。

若仪器的灵敏度不够时,可适当增加测量吸收池的厚度。

7.5 蒸发残渣

7.5.1 仪器

7.5.1.1 旋转蒸发器:配备 500 mL 蒸馏瓶。

7.5.1.2 恒温水浴。

7.5.1.3 蒸发皿;材质可选用铂、石英、硼硅玻璃。

7.5.1.4 电烘箱;温度可控制在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

7.5.2 测定步骤

7.5.2.1 水样预浓集

量取 1 000 mL 二级水(三级水取 500 mL)。将水样分几次加入旋转蒸发器的蒸馏瓶中,于水浴上减压蒸发(避免蒸干)。待水样最后蒸至约 50 mL 时,停止加热。

7.5.2.2 测定

将上述预浓集的水样,转移至一个已于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒量的蒸发皿中,并用 5 mL~10 mL 水样分 2 次~3 次冲洗蒸馏瓶,将洗液与预浓集水样合并于蒸发皿中,按 GB/T 9740 的规定测定。

7.6 可溶性硅

7.6.1 制剂的制备

7.6.1.1 二氧化硅标准溶液(1 mg/mL)

按 GB/T 602 的规定配制。

7.6.1.2 二氧化硅标准溶液(0.01 mg/mL)

量取 1.00 mL 二氧化硅标准溶液(1 mg/mL)于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。转移至聚乙烯瓶中,临用前配制。

7.6.1.3 钼酸铵溶液(50 g/L)

称取 5.0 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加 20.0 mL 硫酸溶液(20%),稀释至 100 mL,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。若发现有沉淀时应重新配制。

7.6.1.4 对氨基酚硫酸盐(米吐尔)溶液(2 g/L)

称取 0.20 g 对氨基酚硫酸盐,溶于水,加 20.0 g 偏重亚硫酸钠(焦亚硫酸钠),溶解并稀释至 100 mL,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。避光保存,有效期两周。

7.6.1.5 硫酸溶液(20%)

按 GB/T 603 的规定配制。

7.6.1.6 草酸溶液(50 g/L)

称取 5.0 g 草酸,溶于水,并稀释至 100 mL。贮存于聚乙烯瓶中。

7.6.2 仪器

7.6.2.1 铂皿:容量为 250 mL。

7.6.2.2 比色管:容量为 50 mL。

7.6.2.3 水浴:可控制恒温为约 60℃。

7.6.3 测定步骤

量取 520 mL 一级水(二级水取 270 mL),注入铂皿中,在防尘条件下,亚沸蒸发至约 20 mL,停止加热,冷却至室温,加 1.0 mL 钼酸铵溶液(50 g/L),摇匀,放置 5 min 后,加 1.0 mL 草酸溶液(50 g/L),摇匀,放置 1 min 后,加 1.0 mL 对氨基酚硫酸盐溶液(2 g/L),摇匀。移入比色管中,稀释至 25 mL,摇匀,于 60℃ 水浴中保温 10 min。溶液所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 0.50 mL 二氧化硅标准溶液(0.01 mg/mL),用水样稀释至 20 mL 后,与同体积试液同时同样处理。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 样品的确定;
- b) 参考采用的方法;
- c) 结果及其表述方法;
- d) 测定中异常现象的说明;
- e) 不包括在本标准中的任意操作。

附录 A

(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 3696:1987 章条编号对照

A.1 本标准章条编号与 ISO 3696:1987 章条编号对照一览表,见表 A.1。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 3696:1987 章条编号对照

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	—
3	2
4	3
5	4
6	5、6
7	7
7.1	7.1
7.2	7.2
7.3	7.3
7.4	7.4
7.5	7.5
7.6	7.6
8	8

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 3696:1987 技术性差异及其原因

B.1 本标准与 ISO 3696:1987 技术性差异及其原因一览表,见表 B.1。

表 B.1 本标准与 ISO 3696:1987 技术性差异及其原因

标准的章条编号	技术性差异	原因
1	在范围的文字叙述上有所调整。	根据我国标准编写规则进行编写。
2	增加了规范性引用文件。	以适合我国国情。
6	在取样及贮存的文字叙述上有所调整。	以适合我国国情。
7.1	按 GB/T 9724 规定用玻璃-饱和甘汞电极代替银-氯化银电极。	此电极在我国使用较普遍。
7.2	增加了将实际水温下测定的电导率换算成 25℃时的方法。	以适合我国国情。
7.3.1.1	按 GB/T 603 制备硫酸溶液(20%)代替 1 mol/L 硫酸溶液。	引用国标通则。
7.5.1.1	用 500 mL 蒸馏瓶代替 250 mL 蒸馏瓶。	此规格蒸馏瓶使用方便。
7.5.1.4	按 GB/T 9740 规定采用 105℃±2℃电烘箱代替 110℃±2℃电烘箱。	引用国标通则。
7.6.1.1	按 GB/T 602 制备 0.1 mg/mL 硅标准溶液。	引用国标通则。
7.6.1.2	用 1 mL 溶液含有 0.01 mgSiO ₂ 代替 1 mL 溶液含有 0.005 mgSiO ₂ 。	增加可操作性。
7.6.1.5	按 GB/T 603 制备硫酸溶液(20%)代替 2.5 mol/L 硫酸溶液。	引用国标通则。

附录 C
(规范性附录)
电导率的换算公式

C.1 当电导率测定温度在 $t^{\circ}\text{C}$ 时,可换算为 25°C 下的电导率。

25°C 时各级水的电导率 K_{25} ,数值以“ mS/m ”表示,按式(C.1)计算:

$$K_{25} = k_t(K_t - K_{p,t}) + 0.00548 \quad \dots\dots\dots(\text{C.1})$$

式中:

k_t ——换算系数;

K_t —— $t^{\circ}\text{C}$ 时各级水的电导率,单位为毫西每米(mS/m);

$K_{p,t}$ —— $t^{\circ}\text{C}$ 时理论纯水的电导率,单位为毫西每米(mS/m);

0.00548—— 25°C 时理论纯水的电导率,单位为毫西每米(mS/m)。

理论纯水的电导率($K_{p,t}$)和换算系数(k_t)见表 C.1。

表 C.1 理论纯水的电导率和换算系数

$t/^{\circ}\text{C}$	$k_t/(\text{mS}/\text{m})$	$K_{p,t}/(\text{mS}/\text{m})$	$t/^{\circ}\text{C}$	$k_t/(\text{mS}/\text{m})$	$K_{p,t}/(\text{mS}/\text{m})$
0	1.797 5	0.001 16	23	1.043 6	0.004 90
1	1.755 0	0.001 23	24	1.021 3	0.005 19
2	1.713 5	0.001 32	25	1.000 0	0.005 48
3	1.672 8	0.001 43	26	0.979 5	0.005 78
4	1.632 9	0.001 54	27	0.960 0	0.006 07
5	1.594 0	0.001 65	28	0.941 3	0.006 40
6	1.555 9	0.001 78	29	0.923 4	0.006 74
7	1.518 8	0.001 90	30	0.906 5	0.007 12
8	1.482 5	0.002 01	31	0.890 4	0.007 49
9	1.447 0	0.002 16	32	0.875 3	0.007 84
10	1.412 5	0.002 30	33	0.861 0	0.008 22
11	1.378 8	0.002 45	34	0.847 5	0.008 61
12	1.346 1	0.002 60	35	0.835 0	0.009 07
13	1.314 2	0.002 76	36	0.823 3	0.009 50
14	1.283 1	0.002 92	37	0.812 6	0.009 94
15	1.253 0	0.003 12	38	0.802 7	0.010 44
16	1.223 7	0.003 30	39	0.793 6	0.010 88
17	1.195 4	0.003 49	40	0.785 5	0.011 36
18	1.167 9	0.003 70	41	0.778 2	0.011 89
19	1.141 2	0.003 91	42	0.771 9	0.012 40
20	1.115 5	0.004 18	43	0.766 4	0.012 98
21	1.090 6	0.004 41	44	0.761 7	0.013 51
22	1.066 7	0.004 66	45	0.758 0	0.014 10

表 C.1 (续)

$t/^\circ\text{C}$	$k_t/(\text{mS}/\text{m})$	$K_{p,t}/(\text{mS}/\text{m})$	$t/^\circ\text{C}$	$k_t/(\text{mS}/\text{m})$	$K_{p,t}/(\text{mS}/\text{m})$
46	0.755 1	0.014 64	49	0.751 8	0.016 50
47	0.753 2	0.015 21	50	0.752 5	0.017 28
48	0.752 1	0.015 82			