

参 考 文 献

- [1] GB/T 12806—1991 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- [2] GB/T 12808—1991 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
- [3] GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义
- [4] ISO 385:2005 实验室玻璃器皿 滴定管
- [5] ISO 835:2007 实验室玻璃器皿 分度吸量管
- [6] ISO 4788:2005 实验室玻璃器皿 刻度量筒



中华人民共和国国家标准

GB/T 30908—2014

摄影 加工废液 硼的测定

Photography—Processing wastes—Determination of boron

(ISO 6849:1996,MOD)



GB/T 30908-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-50428

定价: 16.00 元

2014-07-08 发布

2014-12-01 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

8.3.1.4 缓慢加入 10 mL 1,2-二氯乙烷(危险(F)(C)),剧烈震荡 1 min 混匀后,静置。

8.3.1.5 进行步骤 8.3.3。

8.3.2 熔融样品制备

8.3.2.1 氟离子或有机物大量存在时,取一定量的样品放置在一个铂金碟中,加入 0.1 g 无水碳酸钠(5.3.8),蒸发至干,将其熔化。冷却后加水,加热溶解残渣后,加硫酸溶液(3+97)(5.3.10)中和后,将溶液稀释到一定量。

8.3.2.2 将含有 0.000 1 mg~0.001 mg 硼的这种溶液放入分液漏斗(6.2.1),用水稀释到 15 mL。加入 3 mL 硫酸溶液(3+97)(5.3.10),3 mL 氢氟酸溶液(1+9)(危险(C)(S))(5.3.5)。震荡混匀,静置 1 h。然后加入 3 mL 亚甲基蓝溶液(5.3.6),震荡混匀。再加入 10 mL 1,2-二氯乙烷(危险(F)(C))(5.3.4),剧烈震荡 1 min,以提取硼的复合物。

8.3.2.3 进行步骤 8.3.3。

8.3.3 完成样品制备

8.3.3.1 将 1,2-二氯乙烷层(危险(F)(C))转移到另一个分液漏斗中,加入 5 mL 硫酸银溶液(5.3.7),震荡 1 min,用以洗涤 1,2-二氯乙烷层,随后静置。

8.3.3.2 转移部分 1,2-二氯乙烷层(危险(F)(C))到 1 cm 吸收池,在波长 660 nm 附近,用 1,2-二氯乙烷作参比溶液,测量其吸光度。因为亚甲基蓝可以覆盖在吸收池壁上,建议使用双光束分光光度计平衡吸收池。

注:如亚甲基蓝残留在分液漏斗、吸收池等上面,应用乙醇清洗。

8.3.3.3 用 15 mL 水做空白试验,进行 8.3.1.1 和 8.3.3.2 步骤,以提供样品的校正吸光度。

8.3.4 校准曲线

进行一系列的分析,在分液漏斗中一步步加入 1 mL~10 mL 硼标准溶液(0.000 1 g/L),进行 8.3.2.2 的步骤,然后进行 8.3.3.1 和 8.3.3.2 步骤。构建吸光度和硼量之间的关系曲线。

8.3.5 结果表达

从校准曲线中判定硼量,计算样品中硼的浓度(mg/L)。

9 检测报告

检测报告应包括以下内容:

- 样品的标识;
- 采用的分析方法参考;
- 分析结果和分析方法的说明;
- 测定过程中观察到的任何不寻常的特征;
- 不包括在本标准中的任何操作,或者被认为是可任意选择的环节。

中华人民共和国
国家标准
摄影 加工废液 硼的测定

GB/T 30908—2014

*

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(100029)
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 0.75 字数 15 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50428 定价 16.00 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

后三位,即 0.001 pH 单位。将秒表定时器(6.1.2)设置为 2 min,加入 5.0 g±0.1 g 甘露醇(5.2.2)。立刻用氢氧化钠溶液滴定至记录的 pH,在报警声响起前完成滴定。当报警声响起,等 15 s 后记录 pH。pH 应为记录值的 0.005。如果不是,舍弃结果并从 8.2.1 重新开始。记录滴定液体积 V_1 。

8.2.4 测量空白读数

用 250 mL 水代替样品重复步骤 8.2.1~8.2.3。在步骤 8.2.3 中的滴定管读数作为 V_2 。每天试验前做空白测试。如果 V_2 大于 0.15 mL,应使用新的试剂重复分析。

8.2.5 方法 A 的结果表达

8.2.5.1 低硼量计算方法

硼的浓度 ρ_B 用式(1)计算:

$$\rho_B = (V_1 - V_2) \times 0.99 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_B —— 硼的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 —— 滴定样品时,氢氧化钠标准溶液滴定体积,单位为毫升(mL);

V_2 —— 滴定空白时,氢氧化钠标准溶液滴定体积,单位为毫升(mL)。

8.2.5.2 高硼量计算方法

硼的浓度 ρ_B 用式(2)计算:

$$\rho_B = (V_1 - V_2) \times 24.5 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_B —— 硼的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 —— 滴定样品时,氢氧化钠标准溶液滴定体积,单位为毫升(mL);

V_2 —— 滴定空白时,氢氧化钠标准溶液滴定体积,单位为毫升(mL)。

8.2.6 精度

4 个标准的混合物,硼的浓度从 5 mg/L~100 mg/L 不等,两位分析师分析 8 次,95%致信限值单独一次分析精度是±7 mg/L。

5 个标准的混合物,硼的浓度从 0.4 mg/L~5 mg/L 不等,两位分析师分析 10 次,95%致信限值单独一次分析精度是±0.2 mg/L。

8.3 方法 B 的步骤

注:对于铬酸盐的干扰,可通过加入数滴过氧化氢溶液(1+100),再通过加热分解多余的过氧化氢,即可消除。

8.3.1 直接样品制备

8.3.1.1 如果样品不是中性,用硫酸溶液(3+97)(5.3.10)或氢氧化钠溶液(5.3.9)调成中性。

8.3.1.2 取 10 mL 样品(含有 0.001 mg 或 0.001 mg 以下的硼)于分液漏斗(6.2.1)中,用水稀释到 15 mL,加入 3 mL 硫酸溶液(3+97)(5.3.10),3 mL 亚甲基蓝溶液(5.3.6)和 10 mL 1,2-二氯乙烷(危险(F)(C))(5.3.4)。震荡 1 min 混匀后,静置。这将萃取出如阴离子表面活性剂一类的材料。

注:为保证 1,2-二氯乙烷(危险(F)(C))和水层的分离,需要相当长的时间。

8.3.1.3 丢弃 1,2-二氯乙烷层(危险(F)(C)),缓慢加入 3 mL 氢氟酸溶液(1+9)(危险(C)(S))(5.3.5),静置 1 h。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 6849:1996《摄影 加工废液 硼的测定》(英文版)。

本标准与 ISO 6849:1996 主要技术差异及其原因如下:

——根据我国环保部对水质采样的规范要求,对采样和样品预处理的内容作了补充修改。增加了采样方法、注意事项及样品保存等内容。

参考文献中所列标准,由于大部分已有新的版本:或者合并或者废止,所以本标准在引用这些标准时,均采用最新版。具体修改如下:

——“ISO 385-1:1984、ISO 385-2:1984、ISO 385-3:1984”改为“ISO 385:2005”。

——“ISO 648:1977”改为“GB/T 12808—1991”。

——“ISO 835-1:1981、ISO 835-2:1981、ISO 835-3:1981、ISO 835-4:1981、”改为“ISO 835:2007”。

——“ISO 1042:1983”改为“GB/T 12806—1991”。

——“ISO 4788:1980”改为“ISO 4788:2005”。

——“ISO 5725-1:1994”改为“GB/T 6379.1—2004”。

为了便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

——原理中,增加 2 个条标题:3.1 方法 A、3.2 方法 B;

——将 8.3.1、8.3.2、8.3.3 中各段改为字母项列出;

——删除资料性附录 A,保留参考文献。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国感光材料标准化技术委员会(SAC/TC 102)归口。

本标准起草单位:中国乐凯集团有限公司。

本标准主要起草人:曹永丽、鲍立民、孙朝霞。