

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

中国国家标准化管理委员会 (发布)

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 中列出来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。

本标准替代 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委员会提出。

本标准由全国化学标准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衡量分析等试验用水。可根据实际工作需要选用不同级别的水。

2、规范引用文件

下面文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件，其随后所用的修改单（不包括勘误的内容）或修改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 蒸发残留测定通用方法（GB/T 9740-2008,ISO 6353-1:1982,NEQ）

3、外观

分析实验室用水目视外观应无色透明液体。

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为三个级别：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交换混床处理后，再经 0.2 μ m 微孔滤膜过滤来制取。

4.2 二级水

二级水用于无机衡量分析等试验，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：分析实验室用水的水质规格			
名称	一级	二级	三级
pH 值范围 (25 $^{\circ}$ C)	--	--	5.0~7.5
电导率 (25 $^{\circ}$ C) / (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 (254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	--
蒸发残渣 (105 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C), mg/L	--	≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅 (以 SiO $_2$ 计), mg/L	≤ 0.01	≤ 0.02	--
注 1：由于在一级水、二级水的纯度下，难以测定其真实的 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，难以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 2d~3d，再用待测水反复冲洗，并注满待测水浸泡 6h 以上。

6.2 取样

按本标准进行试验，至少应取 3L 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、空气中的二氧化碳和其它杂质。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，避免试样的沾污。水样均按精确至 0.1mL 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 100mL 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 400mL 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 制剂的制备

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 $[c(1/5KMnO_4)=0.01mol/L]$ 按 GB/T 601 的规定配制。

7.3.2 测定步骤

量取 1000mL 二级水，注入烧杯中，加入 5.0mL 硫酸溶液（20%），混匀。

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

在上述已酸化的试液中，分别加入 1.00mL 高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(1/5KMnO_4)=0.01mol/L]$ ，混匀，盖上表面皿，加热至沸并保持 5min。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 1cm 和 2cm。

7.4.2 测定步骤

将水样分别注入 1cm 及 2cm 吸收池中，于 254nm 处，以 1cm 吸收池中水样为参比，测定 2cm 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 500mL 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 水样预浓缩

量取 1000mL 二级水（三级水取 500mL）。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 50mL 时，停止加热。

7.5.2.2 测定

将上述浓集的水样，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 5mL~10mL 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（1mg/mL）

按 GB/T 602 的规定配制。

7.6.1.2 二氧化硅标准溶液（0.01mg/mL）

量取 1.00mL 二氧化硅标准溶液（1mg/mL）于 100mL 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（50g/L）

称取 5.0g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于水，加 20.0mL 硫酸溶液（20%），稀释至 100mL，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 对甲胺基酚硫酸盐（米吐尔）溶液（2g/L）

称取 0.20g 对甲胺基酚硫酸盐，溶于水，加 20.0g 偏重亚硫酸钠（焦亚硫酸钠），溶解并稀释至 100mL，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 (50g/L)

称取 5.0g 草酸，溶于水，并稀释至 100mL。贮存于聚乙烯瓶中。

7.6.2 仪器

7.6.2.1 铂皿：容量为 250mL。

7.6.2.2 比色管：容量为 50mL。

7.6.2.3 水浴：可控制恒温为约 60℃。

7.6.3 测定步骤

量取 520mL 一级水（二级水取 270mL），注入铂皿中，在防尘条件下，亚沸腾至约 20mL，停止加热，冷却至室温，加 1.0mL 钼酸铵溶液（50g/L），摇匀，放置 5min 后，加 1.0mL 草酸溶液（50g/L），摇匀，放置 1min 后，加 1.0mL 对甲胺基酚硫酸盐溶液（2g/L），摇匀。移入比色管中，稀释至 25mL，摇匀，于 60℃水浴中保温 10min。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 0.50mL 二氧化硅标准溶液（0.01mg/mL），用水样稀释至 20mL 后，与同体积试液同时同样处理。

8、试验报告

试验报告应包含下列内容：

- a)样品的确定；
- b)参考采用的方法；
- c)结果及表述方法；
- 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

省略.....

附录 B (资料性附录)

本标准与 ISO 3696:1987 技术性差异及原因

省略.....

附录 C (规范性附录)

电导率的换算公式

省略.....