

# 中华人民共和国国家标准

## 分析实验室用水规格和试验方法

Water for analytical laboratory use —  
Specification and test methods

GB 6682—92

代替 GB 6682—86

本标准参照采用国际标准 ISO 3696 (1987)《分析实验室用水规格和试验方法》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了分析实验室用水的级别、技术要求和试验方法。

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 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB 9740 化学试剂 蒸发残渣测定通用方法

### 3 外观

分析实验室用水目视观察应无色透明的液体。

### 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。如高压液相色谱分析用水。

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 μm 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 技术要求

分析实验室用水应符合下表所列规格：

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 [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℃), mg/L	≤	—	1.0	2.0
可溶性硅 [以 (SiO <sub>2</sub> ) 计], 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。

② 一级水、二级水的电导率需用新制备的水“在线”测定。

③ 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 取样与贮存

### 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的、专用玻璃容器。

6.1.2 新容器在使用前需用盐酸溶液 (20%) 浸泡 2~3 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，以避免对试样的沾污。

试验中均使用分析纯试剂和相应级别的水。

### 7.1 pH 值的测定

量取 100 mL 水样，按 GB 9724 之规定测定。

### 7.2 电导率的测定

#### 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 0.01~0.1 cm<sup>-1</sup> 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，使测量时水温控制在 25±1℃。或记录水温度，按附录 A 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 0.1~1 cm<sup>-1</sup> 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±1℃。或记录水温度，按附录 A 进行换算。

#### 7.2.2 操作步骤

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 可氧化物限量试验

### 7.3.1 试剂

7.3.1.1 硫酸溶液 (20%)：按 GB 603 之规定配制。

7.3.1.2 高锰酸钾标准溶液  $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}]$ ：按 GB 601 之规定配制。

7.3.1.3 高锰酸钾标准溶液  $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}]$ ：量取 10.00 mL 高锰酸钾标准溶液 (7.3.1.2) 于 100 mL 容量瓶中，并稀释至刻度。

### 7.3.2 操作步骤

量取 1 000 mL 二级水，注入烧杯中。加入 5.0 mL 硫酸溶液 (7.3.1.1)，混匀。

量取 200 mL 三级水，注入烧杯中。加入 1.0 mL 硫酸溶液 (7.3.1.1)，混匀。

在上述已酸化的试液中，分别加入 1.00 mL 高锰酸钾标准溶液 (7.3.1.3)，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 吸光度的测定

### 7.4.1 仪器

7.4.1.1 紫外可见分光光度计。

7.4.1.2 石英吸收池：厚度 1 cm、2 cm。

### 7.4.2 操作步骤

将水样分别注入 1 cm 和 2 cm 吸收池中，在紫外可见分光光度计上，于 254nm 处，以 1cm 吸收池中水样为参比，测定 2 cm 吸收池中水样的吸光度。

如仪器的灵敏度不够时，可适当增加测量吸收池的厚度。

## 7.5 蒸发残渣的测定

### 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 电烘箱：温度可保持在  $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

### 7.5.2 操作步骤

#### 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

按 GB 9740 之规定进行测定。

将上述预浓集的水样，转移至一个已于  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  恒重的玻璃蒸发皿中。并用 5~10 mL 水样分 2~3 次冲洗蒸馏瓶，将洗液与预浓集水样合并，于水浴上蒸干，并在  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  的电烘箱中干燥至恒重。残渣质量不得大于 1.0 mg。

## 7.6 可溶性硅的限量试验

### 7.6.1 试剂

7.6.1.1 二氧化硅标准溶液 (1 mL 溶液含有 1 mg  $\text{SiO}_2$ )：按 GB 602 之规定配制。

7.6.1.2 二氧化硅标准溶液 (1 mL 溶液含有 0.01 mg  $\text{SiO}_2$ )：量取 1.00 mL 二氧化硅标准溶液

(7.6.1.1) 于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。转移至聚乙烯瓶中，现用现配。

7.6.1.3 钼酸铵溶液 (50 g/L): 称取 5.0 g 钼酸铵  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，加水溶解，加入 20.0 mL 硫酸溶液 (7.3.1.1)，稀释至 100 mL，摇匀，贮于聚乙烯瓶中。发现有沉淀时应弃去。

7.6.1.4 草酸溶液 (50 g/L): 称取 5.0 g 草酸，溶于水并稀释至 100 mL。贮于聚乙烯瓶中。

7.6.1.5 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 焦亚硫酸钠，溶解并稀释至 100 mL。摇匀贮于聚乙烯瓶中。避光保存，有效期两周。

#### 7.6.2 操作步骤

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 时，停止加热。冷至室温，加 1.0 mL 钼酸铵溶液 (7.6.1.3)，摇匀。放置 5 min 后，加 1.0 mL 草酸溶液 (7.6.1.4) 摇匀。放置 1 min 后，加 1.0 mL 对氨基酚硫酸盐溶液 (7.6.1.5)，摇匀。转移至 25 mL 比色管中，稀释至刻度，摇匀，于 60 °C 水浴中保温 10 min。目视观察，试液的蓝色不得深于标准。

标准是取 0.50 mL 二氧化硅标准溶液 (7.6.1.2)，加入 20 mL 水样后，从加 1.0 mL 钼酸铵溶液 (7.6.1.3) 起与样品试液同时同样处理。

附录 A  
电导率的换算公式  
(参考件)

A1 当实测的各级水不是 25 ℃时，其电导率可按式进行换算：

$$K_{25} = k_t(K_t - K_{p,t}) + 0.00548 \quad \dots\dots\dots(A1)$$

式中： $K_{25}$ ——25 ℃时各级水的电导率，mS/m；  
 $K_t$ —— $t$  ℃时各级水的电导率，mS/m；  
 $K_{p,t}$ —— $t$  ℃时理论纯水的电导率，mS/m；  
 $k_t$ ——换算系数；  
 0.00548——25 ℃时理论纯水的电导率，mS/m。  
 $K_{p,t}$ 和  $k_t$  可从表 A1 中查出。

表 A1 理论纯水的电导率和换算系数

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

续表 A1

$t, ^\circ\text{C}$	$k_t$	$K_{p,t}, \text{mS/m}$	$t, ^\circ\text{C}$	$k_t$	$K_{p,t}, \text{mS/m}$
40	0.785 5	0.011 36	46	0.755 1	0.014 64
41	0.778 2	0.011 89	47	0.753 2	0.015 21
42	0.771 9	0.012 40	48	0.752 1	0.015 82
43	0.766 4	0.012 98	49	0.751 8	0.016 50
44	0.761 7	0.013 51	50	0.752 5	0.017 28
45	0.758 0	0.014 10	—	—	—

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由北京化学试剂研究所负责起草。

本标准主要起草人 孙世铭、王素芳。