

ICS 71. 100. 80
G 77
备案号:34607—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3541—2011

代替 HG/T 3541 2003

水处理剂 氯化铝

Water treatment chemical—Aluminium chloride

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3541—2003《水处理剂 结晶氯化铝》，与 HG/T 3541—2003 相比主要技术变化如下：

- 修改了标准名称，改为《水处理剂 氯化铝》；
- 增加了液体氯化铝的技术要求（见 3.2 中表 1）；
- 增加了氧化铝的技术指标和试验方法（见 3.2 中表 1 和 4.2.4.2）；
- 修改了氯化铝及重金属含量的技术指标（见 3.2 中表 1，2003 年版 3.2 中表 1）；
- 删除了 pH 值的技术指标和试验方法（2003 年版 3.2 中表 1 和 4.4）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会（SAC/TC63/SC5）归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、深圳市中润水工业技术发展有限公司、淄博鲁净化工有限公司、河南科泰净水材料有限公司、江门市慧信净水材料有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司、重庆大学。

本标准主要起草人：朱传俊、李润生、贾建、周秋涛、王晓峰、谭铭卓、沈烈翔、郑怀礼、邵宏谦。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

本标准于 1990 年首次发布，1999 年由 ZB G77 001—1990 转化为 HG/T 3541—1990，2003 年第一次修订。

水处理剂 氯化铝

重要提示:本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗。

1 范围

本标准规定了水处理剂氯化铝的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂氯化铝。该产品主要用于饮用水和工业水、废水及污水的处理。其中饮用水处理所用原料盐酸应采用工业合成盐酸。

分子式: $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; AlCl_3

相对分子质量: 241.43; 133.3

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1: 1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq GB/T 603—2002, ISO 6353-1: 1982)

GB/T 610 化学试剂 砷测定通用方法(neq GB/T 610—2008, ISO 6353-1: 1982)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(mod GB/T 6682—2008, ISO 3696: 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8946 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观

结晶: 橙黄色或浅黄色晶体;

液体: 无色或黄褐色透明液体。

3.2 水处理剂氯化铝按相应的试验方法测定应符合表 1 规定。

表 1 水处理剂氯化铝指标

指标名称	指 标			试验方法	
	结晶		液体		
	一等品	合格品			
氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)质量分数/%	\geq	95.5	90.0	—	4.2
氧化铝(Al_2O_3)质量分数/%	\geq	20.0	19.0	10.0	4.2
铁(Fe)质量分数/%	\leq	0.02	1.0	0.50	4.3
不溶物质量分数/%	\leq	0.10	0.10	0.20	4.4
砷(As)质量分数/%	\leq	0.000 2	0.000 4	0.000 2	4.6
铅(Pb)质量分数/%	\leq	0.001	0.002	0.001	4.7
镉(Cd)质量分数/%	\leq	0.000 2	0.000 4	0.000 2	4.8
汞(Hg)质量分数/%	\leq	0.000 01	0.000 02	0.000 02	4.9
六价铬(Cr^{6+})质量分数/%	\leq	0.000 5	0.000 5	0.000 5	4.10

4 试验方法

4.1 通则

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.2 氯化铝含量的测定

4.2.1 方法提要

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合。在 pH 值约为 6 时,以二甲酚橙为指示剂,用氯化锌标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 乙酸钠溶液:272 g/L。

4.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

4.2.2.3 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.02 mol/L。

4.2.2.4 二甲酚橙溶液:2 g/L。

4.2.3 分析步骤

称取约 3.0 g 固体试样或约 6.0 g 液体试样,精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中,加水溶解。全部转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 10.00 mL 此试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中。加入 20.00 mL EDTA 标准滴定溶液,煮沸 1 min。冷至室温,加 5 mL 乙酸钠溶液和 2 滴二甲酚橙指示液。用氯化锌标准滴定溶液滴定,溶液由黄色变为橙红色即为终点。

4.2.4 结果的表述

4.2.4.1 氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 c_1 / 1000 - V_2 c_2 / 1000) M_1}{m_0 \times 10 / 250} \times 100 - \frac{M_1}{M_3} w_3 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定中消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——氯化锌标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M_1 ——氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 241.43$);

w_3 ——按 4.3 测出的铁(Fe)含量的质量分数,%;

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M_3 ——铁(Fe)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_3 = 55.86$)。

4.2.4.2 氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{M_2}{2M_1} w_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

M_2 ——氧化铝(Al_2O_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 101.96$);

w_1 ——氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的质量分数,%;

M_1 ——氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 241.43$)。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.20 %。

4.3 铁含量的测定

4.3.1 方法提要

用盐酸羟胺将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH 值 2~9 时,二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色配合物,在最大吸收波长(510 nm)处,用分光光度计测其吸光度。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 硫酸溶液:1+35。

4.3.2.2 盐酸溶液:1+1。

4.3.2.3 氨水溶液:1+3。

4.3.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。

4.3.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

称取 10.0 g 盐酸羟胺溶于水中并稀释至 100 mL。

4.3.2.6 邻菲罗啉溶液:5.0 g/L。

溶解 0.5 g 邻菲罗啉氯化物(一水合物)($C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$)于水中并稀释至 100 mL。或将 0.42 g 邻菲罗啉(一水合物)($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶于含有 2 滴盐酸的 100 mL 水中。此溶液贮存在暗处,可稳定放置一周。

4.3.2.7 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.100 mgFe。

4.3.2.8 铁标准溶液:1 mL 含有 0.010 mgFe。

取铁标准贮备溶液稀释 10 倍,只限当日使用。

4.3.3 仪器

分光光度计:带有厚度为 1.0 cm 的吸收池。

4.3.4 校准曲线的绘制

分别取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于 7 个 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,加 0.50 mL 硫酸溶液调 pH 值接近 2,加 3.0 mL 盐酸羟胺溶液,10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,用分光光度计于 510 nm 处,以试剂空白调零测其吸光度。以测得的吸光度为纵坐标,相对应的铁含量(mg)为横坐标绘制校准曲线。

4.3.5 分析步骤

4.3.5.1 试验溶液的制备

称取约 3.0 g 固体试样或约 6.0 g 液体试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中,加 2 mL 盐酸溶液及 100 mL 水,加热煮沸 5 min。冷却后全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.2 空白试验溶液的制备

在 250 mL 烧杯中加入 100 mL 水及 2 mL 盐酸溶液,加热煮沸 5 min。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.5.3 测定

移取适量体积的试验溶液和相应的空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中。加水至约 40 mL,用氨水溶液或硫酸溶液调 pH 值接近 2,加 3.0 mL 盐酸羟胺溶液,10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,用分光光度计于 510 nm 处,以试剂空白调零测其吸光度。

4.3.6 结果的表述

铁(Fe)含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 V / 500} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度,从校准曲线上查出的铁含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——所取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.3.7 允许差

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:一等品不大于 0.002%;合格品不大于 0.05%。

4.4 不溶物含量的测定

4.4.1 试剂和材料

4.4.1.1 盐酸溶液:1+1。

4.4.1.2 硝酸银溶液:10 g/L。

4.4.2 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

4.4.3 分析步骤

称取约 10.0 g 固体试样或约 20.0 g 液体试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中。加 2 mL 盐酸溶液和 100 mL 水,加热溶解。趁热用已于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重的坩埚式过滤器过滤。用热水洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重。

4.4.4 结果的表述

不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——不溶物与坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.4.5 允许差

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不大于 0.01%。

4.5 砷含量的测定

4.5.1 DDTC 银法——仲裁法

4.5.1.1 方法提要

在酸性介质中,将砷还原成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液吸收砷化氢气体,形成紫红色物质,在 510 nm 处测其吸光度。

4.5.1.2 试剂和材料

4.5.1.2.1 无砷锌。

4.5.1.2.2 三氯甲烷。

4.5.1.2.3 硫酸溶液:1+1。

4.5.1.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

4.5.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液。

将 40 g 氯化亚锡溶于 100 mL 盐酸中,保存时可加入几粒金属锡,贮于棕色瓶中。

4.5.1.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液。

称取 1.0 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,研碎后,边研磨边加入 100 mL 三氯甲烷。然后加入 18 mL 三乙基胺,再用三氯甲烷稀释至 1 000 mL,摇匀。静置过夜。用脱脂棉过滤,保存于棕色瓶中,置冰箱中保存。

4.5.1.2.7 砷标准贮备溶液:1.00 mL 含 0.1 mgAs。

4.5.1.2.8 砷标准溶液:1.00 mL 含 0.001 mgAs。

移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,混匀,临时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.1.2.9 乙酸铅脱脂棉。

4.5.1.3 仪器和设备

4.5.1.3.1 分光光度计。

4.5.1.3.2 定砷器:符合 GB/T 610—2008 中 5.3 之规定。

4.5.1.4 分析步骤

4.5.1.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个干燥的定砷瓶中,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液,再依次加入 30 mL、29 mL、28 mL、27 mL、26 mL、25 mL 水使溶液总体积为 30 mL。

在各定砷瓶中加入 4 mL 硫酸溶液,2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀。静置反应 20 min。再各加入(5±0.1) g 无砷锌,立即将塞有乙酸铅脱脂棉并盛有 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液的吸收管子装在定砷瓶上,反应 50 min。取下吸收管(勿使液面倒吸),用三氯甲烷将吸收液补充至 5.0 mL,混匀。

在波长 510 nm 处,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比,测定吸光度。

以砷含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.5.1.4.2 测定

称取约 1.0 g 固体试样或约 2.0 g 液体试样,精确至 0.01 g,以热水溶解(如有不溶物应过滤除去),移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A。

移取 10 mL 试液 A 于定砷瓶中,加入 20 mL 水。然后按校准曲线的绘制中的步骤从“在各定砷瓶中加入 4 mL……”开始操作至测定吸光度。

4.5.1.5 结果的表述

砷含量以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的砷含量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.5.1.6 允许差

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不大于 0.000 05 %。

4.5.2 砷斑法

4.5.2.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III)进一步还原为砷化氢,砷化氢气体与溴化汞试纸作用时,产生棕黄色的汞砷化合物,可用于砷的目视比色法测定。

4.5.2.2 试剂和材料

4.5.2.2.1 盐酸。

4.5.2.2.2 碘化钾。

4.5.2.2.3 硫酸溶液:1+1。

4.5.2.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。

4.5.2.2.5 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.5.2.2.6 无砷锌粒。

4.5.2.2.7 乙酸铅棉花。

4.5.2.2.8 溴化汞试纸。

4.5.2.2.9 砷标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg As。

4.5.2.2.10 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mg As(配制方法同 4.5.1.2.8)。

4.5.2.3 仪器、设备

定砷器:同 GB/T 610 中 5.2 规定。

4.5.2.4 分析步骤

移取 10.00 mL 试液 A,置于定砷器的广口瓶中。在另一定砷器的广口瓶中,准确加入 5.00 mL 砷标准溶液。分别稀释至 70 mL,加 6 mL 盐酸,1 g 碘化钾和 5 滴氯化亚锡溶液,摇匀后放置 10 min。加 2.5 g 无砷锌粒,立即按 GB/T 610 中图装好装置,于暗处在 25 °C~30 °C 放置 1 h~1.5 h。比较溴化汞试纸的颜色,即可判定。

4.6 铅含量的测定

4.6.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 283.3 nm 处测定吸光度。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.6.2.2 铅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mgPb。

称取 0.100 g 铅(99.9 %以上),精确至 0.2 mg,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

4.6.2.3 铅标准溶液:1 mL 含 0.001 mgPb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.3 仪器、设备

4.6.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μL~500 μL 微量液体流量计或自动进样器。

4.6.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。

4.6.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

4.6.3.4 铅空心阴极灯。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 称取约 1.0 g 固体试样或约 2.0 g 液体试样,精确至 0.2 mg。置于 250 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸溶液 10 mL,盖上表面皿煮沸约 1 min。冷至室温后转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此为试液 B,供测 Pb、Cd 使用。

4.6.4.2 分别移取 5.00 mL 试液 B,置于 4 个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 283.3 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的铅浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中铅的含量。

4.6.5 结果的表述

铅含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m ——试样中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.6.6 允许差

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不大于 0.000 2 %。

4.7 镉含量的测定

4.7.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处测定吸光度,求出镉含量。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.7.2.2 镉标准贮备液:1 mL 含 0.1 mgCd。

称取 0.100 g 金属镉(99.9 %以上),精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

4.7.2.3 镉标准溶液:1 mL 含 0.000 1 mgCd。

移取 10.00 mL 镉标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。再取 10.00 mL 该溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

4.7.3 仪器、设备

4.7.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μ L~500 μ L 微量液体流量计或自动进样器。

4.7.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。

4.7.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

4.7.3.4 镉空心阴极灯。

4.7.4 分析步骤

分别移取 5.00 mL 试液 B,置于 4 个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 228.8 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的镉浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中镉的含量。

4.7.5 结果的表述

镉含量以质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1\ 000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——试样中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.7.6 允许差

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不大于 0.00 005 %。

4.8 汞含量的测定

4.8.1 冷原子吸收法(仲裁法)

4.8.1.1 方法提要

在酸性介质中,将试样中的汞氧化成二价汞离子,用氯化亚锡将汞离子还原成汞原子,用冷原子吸收法测定汞。

4.8.1.2 试剂和材料

4.8.1.2.1 硫酸-硝酸混合液:将 200 mL 硫酸(优级纯)缓慢加入 300 mL 水中,同时不断搅拌。冷却后加入 100 mL 硝酸(优级纯),混匀。

4.8.1.2.2 硫酸(优级纯)溶液:1+71。

4.8.1.2.3 盐酸(优级纯)溶液:1+11。

4.8.1.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

4.8.1.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

4.8.1.2.6 氯化亚锡溶液:50 g/L。

称取 5.0 g 氯化亚锡,置于 200 mL 烧杯中。加入 10 mL 盐酸溶液及适量水使其溶解,稀释至 100 mL,混匀。

4.8.1.2.7 汞标准贮备液:1 mL 溶液含 0.1 mgHg。

4.8.1.2.8 汞标准溶液:1 mL 含 0.001 mgHg(配制方法同“分光光度法”)。

4.8.1.3 仪器、设备

4.8.1.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

4.8.1.3.2 汞空心阴极灯。

4.8.1.4 分析步骤

4.8.1.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,加水至 40 mL。加入 3 mL 硫酸-硝酸混合液和 1 mL 高锰酸钾溶液,摇匀,静置 15 min。再滴加盐酸羟胺溶液至试液红色恰好消失,用水稀释至刻度,摇匀。

在波长 253.7 nm 处,以氯化亚锡溶液还原后的试剂空白所产生的汞蒸气为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生汞蒸气的吸光度。

以汞含量(μg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.8.1.4.2 测定

移取 10 mL 由测定砷得到的试液 A 移入 50 mL 容量瓶中。以下按校准曲线的绘制中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作,测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸气的吸光度。

4.8.1.4.3 结果的表述

汞含量以质量分数 w_8 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100 \dots \dots \dots (8)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的汞含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.8.1.5 允许差

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不大于 0.000 002 %。

4.8.2 分光光度法

4.8.2.1 方法提要

将试样中的汞用高锰酸钾氧化成二价汞离子,过量的高锰酸钾用盐酸羟胺还原后,在硫酸酸性溶液中用双硫脲四氯化碳溶液来萃取。在萃取液中加入盐酸进行反萃取。然后将水层 pH 调节为 4.8~5.5,再用双硫脲四氯化碳溶液萃取汞离子,过量的双硫脲用氨水洗净后,由分光光度法求出汞的含量。

4.8.2.2 试剂和材料

4.8.2.2.1 硫酸溶液:1+1。

4.8.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

4.8.2.2.3 硝酸。

4.8.2.2.4 醋酸溶液:1+2。

4.8.2.2.5 氨水溶液:1+2。

4.8.2.2.6 氨水溶液:1+3。

4.8.2.2.7 氨性洗液:取氨水 1 mL,加水稀释到 100 mL,加 EDTA 溶液 5 mL。

4.8.2.2.8 高锰酸钾。**4.8.2.2.9 盐酸羟胺溶液:200 g/L。**

称取盐酸羟胺 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

4.8.2.2.10 尿素溶液:200 g/L。

称取尿素 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

4.8.2.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液:38 g/L。

称取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

4.8.2.2.12 精制四氯化碳:在四氯化碳中,加入约占其容量 5% 的硫酸摇混,静置后弃去硫酸层。重复操作到硫酸层无色为止。然后水洗,加块状氧化钙摇混,将混有氧化钙的四氯化碳进行蒸馏,收集 77 °C 的馏分。

4.8.2.2.13 双硫脲四氯化碳贮备溶液:0.1 g/L。

取双硫脲(二苯基硫卡巴脲)放入玛瑙研钵,研成细粉。取其 100 mg,加 1 L 精制四氯化碳,不时地搅拌,静置 24 h 以上使双硫脲完全溶解。

4.8.2.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液:0.05 g/L。

移取双硫脲四氯化碳贮备溶液 100.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

4.8.2.2.15 双硫脲四氯化碳溶液:0.005 g/L。

移取双硫脲四氯化碳浓溶液 50.00 mL 于 500 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

4.8.2.2.16 酚红的乙醇溶液:1 g/L。

称取酚红 0.1 g,溶于 20 mL 95% 乙醇,用水稀释成 100 mL。

4.8.2.2.17 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mgHg。**4.8.2.2.18 汞标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mgHg。**

移取汞标准贮备液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。再取 10.00 mL 此溶液于 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液现用现配。

4.8.2.3 仪器、设备**4.8.2.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。****4.8.2.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL 圆底磨口烧瓶,冷凝管长 30 cm 以上。****4.8.2.3.3 玻璃珠:直径(d)为 2 mm~4 mm。****4.8.2.3.4 分光光度计。****4.8.2.4 分析步骤**

4.8.2.4.1 称取约 10.0 g 固体试样或约 20.0 g 液体试样,精确到 0.2 mg,放入回流冷凝装置的烧瓶中,加水约 500 mL、硝酸 60 mL 和高锰酸钾 1 g,轻轻地摇匀,放入几粒玻璃珠后,装上回流冷凝管,缓缓加热,煮沸 1 h。

4.8.2.4.2 如果煮沸过程中高锰酸钾的颜色消失,可停止加热,待液温下降到约 40 °C 时加 1 g 高锰酸钾,继续加热煮沸。重复这项操作,直到高锰酸钾的颜色保持 10 min 以上不褪色为止。

4.8.2.4.3 煮沸 1 h 后放冷到液温约 40 °C,取下烧瓶,滴加盐酸羟胺溶液直到高锰酸钾颜色消失为止。加几滴酚红的乙醇溶液,边冷却边加(1+2)氨水溶液,直到溶液颜色变红为止。

4.8.2.4.4 加硫酸溶液 30 mL,盐酸羟胺溶液 5 mL 和尿素溶液 5 mL 后,移入 1 000 mL 分液漏斗。

在其中加入双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后, 将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗。

4.8.2.4.5 在水层中再加双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后将四氯化碳层合并到刚才分离出来的四氯化碳层中, 弃去水层。

4.8.2.4.6 给四氯化碳层加水 20 mL, 通过振摇 30 s 来洗涤四氯化碳层, 静置后, 将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗, 弃去水层。

4.8.2.4.7 给四氯化碳层加盐酸溶液 10 mL, 振摇 30 s, 静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗, 保留水层。

4.8.2.4.8 给四氯化碳层加盐酸溶液 5 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层, 水层则合并到前项保留的水层中。

4.8.2.4.9 水层用水稀释到约 50 mL, 加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 醋酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液(1+2)10 mL。

4.8.2.4.10 使用溴甲酚绿 pH 试纸, 小心滴加(1+3)氨水溶液调节 pH 到 4.8~5.5(当 pH 值超过 5.5 时, 整个方法报废), 准确加入双硫脲四氯化碳溶液 10 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后, 将四氯化碳移入 50 mL 分液漏斗, 弃去水层。

4.8.2.4.11 给四氯化碳层加氨性洗液 10 mL, 剧烈振摇 30 s, 静置后只将水层用移液管或滴液管吸出。重复这项操作, 直到氨性洗液成为无色为止。

4.8.2.4.12 将四氯化碳注入 10 mm 吸收池, 测在波长 490 nm 处的吸光度。

4.8.2.4.13 校准曲线的绘制: 依次移取汞标准溶液 1.00 mL~15.00 mL, 放入 100 mL 分液漏斗, 加盐酸溶液 15 mL, 用水稀释至大约 50 mL。加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 醋酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和(1+2)氨水溶液 10 mL。然后按照 4.8.2.4.10~4.8.2.4.12 同样操作, 以汞含量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。同时做空白试验。

4.8.2.5 结果的表述

汞(Hg)含量以质量分数 w_9 计, 数值以%表示, 按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的汞的质量的数值, 单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值, 单位为克(g)。

4.8.2.6 允许差

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不大于 0.000 005 %。

4.9 六价铬含量的测定

4.9.1 方法提要

用氨水将 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 生成氢氧化物或碱式盐, 沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定铬。

4.9.2 试剂与材料

4.9.2.1 氨水溶液: 1+1。

4.9.2.2 甲基红指示剂: 1 g/L 乙醇溶液。

4.9.3 仪器、设备

4.9.3.1 原子吸收分光光度计。

4.9.3.2 铬空心阴极灯。

4.9.3.3 铬标准贮备溶液: 1 mL 溶液含有 0.1 mgCr。

4.9.3.4 铬标准溶液: 1 mL 溶液含有 0.01 mgCr。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 试样的制备

称取约 1.0 g 固体试样或约 2.0 g 液体试样,精确至 0.2 mg。置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,加入二滴甲基红指示剂,在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止,加热至微沸,使沉淀凝聚。冷却后,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用快速定性滤纸干过滤,滤液留作测定用。

4.9.4.2 校准曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为 0.00 mg、0.01 mg、0.02 mg、0.03 mg、0.04 mg,在仪器的最佳工作条件下,于波长 357.9 nm 处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铬含量为横坐标,绘制校准曲线。

4.9.4.3 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从校准曲线中求得相应的铬含量。

4.9.5 结果的表述

铬含量以质量分数 w_{10} 计,数值以 % 表示,按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 / 100} \times 100 \dots \dots \dots (10)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.9.6 允许差

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不大于 0.0001 %。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目,生产厂的质量监督检验部门应按本标准的规定逐批检验。

5.2 水处理剂氯化铝的验收时间从货到之日起 15 d 内进行。

5.3 水处理剂氯化铝固体产品每批不超过 20 t,液体不超过 50 t。

5.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

固体产品采样时,应将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样,每袋所采样品不少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

桶装液体产品采样时,应将采样器深入桶内,从上、中、下部位采样量不少于 100 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

对于用贮罐装运的液体产品,应用采样器从罐的上、中、下部位采样。每个部位采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀,取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

瓶上贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存三个月备查。

5.5 按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

5.6 检验结果中如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂氯化铝的外包装上应涂有牢固标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、厂址及本标准编号。

HG/T 3541—2011

6.2 每批出厂的水处理剂氯化铝都应附有质量检验报告及质量合格证。

6.3 水处理剂氯化铝(固体)采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于 0.08 mm,外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的有关规定。每袋净质量 25 kg 或 50 kg。

6.4 水处理剂氯化铝(液体)采用聚乙烯塑料桶包装。用户需要时,水处理剂氯化铝(液体)也可用贮罐装运。

6.5 运输时要严防雨淋和日晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.6 水处理剂氯化铝的贮存期为一年。
