

ICS 71.100.99

G 77

备案号:15007—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2227—2004

代替 HG 2227—1991

水处理剂 硫酸铝

Water treatment chemicals-aluminum sulfate

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前　　言

本标准Ⅰ类产品的技术指标为强制性的，Ⅱ类产品指标和其他条文为推荐性的。

本标准是非等效采用日本工业标准JIS K 1450：1996《饮用水用　硫酸铝》对强制性化工行业标准HG 2227—1991《水处理剂　硫酸铝》修订而成。

本标准与 JIS K 1450：1996《饮用水用　硫酸铝》主要技术差异为：

——本标准将硫酸铝产品分为饮用水和工业用水、污水用两类；

——重金属的检验方法有变动。

本标准与 HG 2227—1991 相比主要技术差异为：

——取消了原固体产品的分等、分级；

——将硫酸铝产品分为Ⅰ类、Ⅱ类；

——Ⅰ类产品增加了 Hg、Cr(VI)、Cd 指标。

本标准自实施之日起，同时代替 HG 2227—1991。

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水处理剂分会归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院、河南佰利联化学股份有限公司、昆明明珠化工有限责任公司、太仓市新星轻工助剂厂。

本标准主要起草人：朱传俊、杨民乐、邵宏谦、吴少峰、陶福棠、李琳、白莹。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准于 1991 年首次发布。

水处理剂 硫酸铝

1 范围

本标准规定了水处理剂 硫酸铝的技术要求、分类、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 硫酸铝(固体、溶液)。该产品主要用于饮用水及工业用水、废水和污水处理,其中用于饮用水的原料硫酸应采用工业硫酸。

分子式: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量[以 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 计]: 342.15(按 2000 年国际相对原子质量)

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 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 601—2002 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

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

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696: 1987)

3 产品分类

水处理剂 硫酸铝按用途分为两类:

I类: 饮用水用。

II类: 工业用水、废水和污水用。

4 技术要求

4.1 外观: 固体产品为白色、淡绿色或淡黄色片状或块状。液体产品为无色透明至淡绿或淡黄色。

4.2 水处理剂 硫酸铝应符合表 1 要求。

表 1

指标项目	指标				
	I类		II类		
	固体	液体	固体	液体	
氧化铝(Al_2O_3)的质量分数, %	≥	15.6	7.8	15.6	7.8
pH 值(1%水溶液)	≥	3.0	3.0	3.0	3.0
不溶物的质量分数, %	≤	0.15	0.15	0.15	0.15
铁(Fe)的质量分数, %	≤	0.50	0.25	0.50	0.25
铅(Pb)的质量分数, %	≤	0.001	0.0005	—	—
砷(As)的质量分数, %	≤	0.0004	0.0002	—	—
汞(Hg)的质量分数, %	≤	0.00002	0.00001	—	—
铬[Cr(VI)]的质量分数, %	≤	0.001	0.0005	—	—
镉(Cd)的质量分数, %	≤	0.0002	0.0001	—	—

5 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

5.1 氧化铝含量的测定

5.1.1 方法提要

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠溶液反应,生成络合物。在 pH 值约为 6 时,用二甲酚橙为指示剂,以锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠溶液。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.1.2.3 乙酸钠溶液:272 g/L。

5.1.2.4 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)=0.025 \text{ mol/L}$ 。

5.1.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.1.2.6 二甲酚橙溶液:2 g/L。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 固体试样或 10 g 液体试样,精确至 0.0002 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液加热溶解并煮沸 5 min(必要时过滤),冷却后全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为试液 A,供氧化铝和铁含量的测定。

5.1.3.2 空白试验溶液的制备

在 250 mL 烧杯中加入 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液,加热并煮沸 5 min。冷却后全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.1 方法提要

试样溶于水,用配有玻璃测量电极和甘汞参比电极的酸度计测量试验溶液的 pH 值。

5.4.2 仪器、设备

酸度计:分度值 0.02pH 单位,配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极或复合电极。

5.4.3 分析步骤

称取(1.00 ± 0.01)g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加约 50 mL 不含二氧化碳的水溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。将试样溶液倒入烧杯中,在已定位的用酸度计上测其 pH 值。

5.4.4 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 0.02pH 单位。

5.5 砷含量的测定

5.5.1 方法提要

在酸性介质中,金属锌将砷化物还原为砷化氢。砷化氢在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准砷斑进行比较。

5.5.2 试剂与材料

5.5.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.5.2.2 盐酸。

5.5.2.3 碘化钾。

5.5.2.4 无砷锌。

5.5.2.5 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.5.2.6 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mg As。

按 GB/T 602 配制后,用移液管移取 1.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。限当日使用。

5.5.2.7 乙酸铅棉花。

5.5.2.8 溴化汞试纸。

5.5.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

定砷器:用 GB/T 610.1 中 5.2 规定。

5.5.4 分析步骤

称取(5 ± 0.01)g 固体试样或(10 ± 0.01)g 液体试样,溶解后,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 20 mL 试验溶液,置于广口瓶中,加 5 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 g 无砷锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管装上并塞紧。在 25°C~30°C 下于暗处放置 1 h。取出溴化汞试纸,其颜色不得深于标准。

标准是:用移液管移取 4 mL 砷标准溶液,加水至 20 mL,与试验溶液同时同样处理。

5.6 铅含量的测定

5.6.1 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。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.6.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.6.2.3 铅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg Pb。

称取 0.100 g 铅(质量分数为 99.9% 以上),精确至 0.0002 g,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氯氧化物,冷却后移入 1000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

10 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层。重复这项操作, 直到双硫腙溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液: 38 g/L。

取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g, 用水溶解成为 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗, 加双硫腙四氯化碳浓溶液 10 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层。重复这项操作。直到双硫腙溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.2.12 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。重复操作到硫酸层已不带色为止。然后水洗, 加块状氧化钙摇混, 仍旧连带着块状氧化钙进行蒸馏, 取 77°C 的馏分。

5.7.2.13 双硫腙四氯化碳贮备溶液: 0.1 g/L。

取双硫腙(二苯基硫卡巴腙)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 以上使双硫腙完全溶解。

5.7.2.14 双硫腙四氯化碳浓溶液: 0.05 g/L。

准确量取双硫腙四氯化碳贮备溶液 100.00 mL, 注入 200 mL 容量瓶, 加精制四氯化碳至刻度。

5.7.2.15 双硫腙四氯化碳溶液: 0.005 g/L。

准确量取双硫腙四氯化碳浓溶液 50 mL, 注入 500 mL 容量瓶中, 加精制四氯化碳至刻度。

5.7.2.16 酚红的乙醇溶液: 1g/L。

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

5.7.2.17 梅标准贮备液: 1 mL 溶液含有 0.1 mgHg。

5.7.2.18 梅标准溶液: 1 mL 溶液含有 0.001 mgHg。

准确移取汞标准贮备液 10.00 mL, 移入 1000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.7.3 仪器、设备

5.7.3.1 分液漏斗: 50 mL、100 mL、1000 mL。

5.7.3.2 回流冷凝装置: 1000 mL 圆底磨口烧瓶, 冷凝管长 30 cm 以上。

5.7.3.3 玻璃珠: $d=2\text{ mm}\sim 4\text{ mm}$ 。

5.7.3.4 分光光度计。

5.7.4 分析步骤

(1)称取液体试样约 10 g, 固体试样约 5 g, 精确到 0.01 g, 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。

(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 以上不退色为止。

(3)煮沸 1 h 后放冷到液温约 40°C, 取下烧瓶, 摆混着溶液, 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, 边冷却边加氨水溶液, 直到溶液颜色变红为止。

(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 1000 mL 分液漏斗。在其中加入双硫腙四氯化碳浓溶液 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。

(5)在水层中再加双硫腙四氯化碳浓溶液 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。

(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。

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

(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

卷中

(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。

(10) 使用溴甲酚绿 pH 试纸, 小心滴加氨水溶液(1+3)调节至 pH4.8~pH5.5, 准确加入双硫腙四氯化碳溶液 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。

(11) 给四氯化碳层加氯性洗液 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, 直到氯性洗液成为无色为止。

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

(13)标准曲线的绘制:依次移取汞标准溶液 $0.50\text{ mL}\sim 3.0\text{ mL}$,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 和氨水(1+2) 10 mL 。然后按照(10)~(12)同样操作,找出汞的量与吸光度的关系,绘制标准曲线。同时做空白试验。

5.7.5 结果的表述

汞含量以质量分数 W_5 计, 数值以%表示, 按式(5)计算:

$$W_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

武中

m—从标准曲线查出的汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 —试料质量的数值,单位为克(g)。

5.7.6 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 0.000005% 。

5.8 锌[Cr(V)]含量的测定

5.8.1 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。

5.8.2 试剂与材料

5.8.2.1 氨水溶液, 1+1-

5.8.2.2 甲基红指示剂:1 g/L乙醇溶液

5.8.3 仪器、设备

一般实验室用仪器

原子吸收分光光度计

铭空心阳极灯

铬标准溶液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Cr⁶⁺

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 试样的制备

称取约 10 g 液体试样或 5 g 固体试样, 精确至 0.0002 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加水 50 mL 水溶解, 加入 2 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, 摆匀。用快速定性滤纸干过滤, 滤液留作测定用。

5.8.4.2 校准曲线的绘制

移取 0.00、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, 摆匀。此标准系列含铬量为 0.00、0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg、0.40 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。

5.8.4.3 试样的测定

中氧化铝、不溶物、pH、铁等项目应逐批检验。

6.2 每批产品不超过 150 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。固体产品采样时,先去掉包装袋上层约 30 cm 厚的料层,用采样工具从每袋中间抽取不少于 100 g 样品,将采出的样品迅速破碎至约 10 mm 以下,混匀,按四分法缩分至不少于 500 g;液体产品按 GB/T 6680 的规定采样,从贮槽、船舱、槽车的顶部进口插入液层的上、中、下三部分或从出料口分前、中、后三段采取 500 mL 以上样品,混合均匀。

6.4 水处理剂 硫酸铝应由生产厂的质量检验部门按照本标准规定的试验方法和检验规则对产品质量进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 每批出厂的产品都应附有质量说明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、类别、批号、生产日期、净含量、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.6 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行质量检验,核实其质量是否符合本标准的要求。

6.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。如果检验结果中有一项不符合本标准要求时,应加倍抽取样品重新检验,检验结果有一项不符合本标准要求时,该批产品为不合格。

6.8 当供需双方因产品质量发生异议时,可按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、标签和包装

7.1 水处理剂 硫酸铝的包装上应附有产品合格证书,其内容包括:产品名称、生产厂名称、指标、类别、批号、净含量、生产日期及本标准编号。

7.2 水处理剂 硫酸铝包装袋上应有牢固清晰的标志,注明:生产厂名称、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、商标和本标准编号以及 GB 191 规定的“怕雨”标志。

7.3 水处理剂 硫酸铝固体产品,采用内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋或复合塑料编织袋包装,每袋净含量 50 kg 或以顾客要求而定。水处理剂 硫酸铝液体产品用玻璃钢槽车或塑料桶(净含量为 25 kg、50 kg)包装。

7.4 水处理剂 硫酸铝在运输过程中应防止雨淋、受潮,并避免有毒物品的污染。

7.5 水处理剂 硫酸铝应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。