

ICS 71.060.50
G 12
备案号: 65288-2018



中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3251—2018
代替 HG/T 3251-2010

工业结晶氯化铝

Crystal aluminum chloride for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 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 3251—2010《工业结晶氯化铝》，与HG/T 3251—2010，主要技术变化如下：

——修改了范围（见第1章，2010年版的第1章）；

——修改了氯化铝（以 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 计）、氧化铝（ Al_2O_3 ）指标（见4.2，2010年版的4.2）；

——增加了重金属指标（见4.2）；

——氯化铝含量测定增加硫酸铜返滴定法，氯化铝返滴定法为仲裁法（见5.3，2010年版的5.4）；

——修改了批量，由“不超过50 t”改为“不超过100 t”（见6.2，2010年版的6.2）。

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无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：浙江水知音环保科技有限公司、深圳市中润水工业技术发展有限公司、衡阳市建衡实业有限公司、江苏泰特联合环保科技有限公司、东莞市华清净水技术有限公司、重庆蓝洁广顺净水材料有限公司、天津理工大学、潍坊门捷化工有限公司、湖南恒光科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：俞明华、李凯、何青峰、钱钧、熊阳辉、魏小兵、李梅彤、刘泉军、曹立祥、何朝晖、弓创周。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG/T 3251—1989、HG/T 3251—2002、HG/T 3251—2010。

工业结晶氯化铝

1 范围

本标准规定了工业结晶氯化铝的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、贮存和运输。

本标准适用于工业结晶氯化铝。该产品主要用于精密铸造、催化剂载体的生产、精细铝盐原料、造纸及木材防腐等。

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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1, 10-菲罗啉分光光度法

GB/T 6678 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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

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

相对分子质量：241.42（按2016年国际相对原子质量）

4 要求

4.1 外观：工业结晶氯化铝优等品为白色晶体，一等品及合格品为淡黄色至黄色晶体。

4.2 工业结晶氯化铝按本标准规定的试验方法检测应符合表1的规定。

表1 技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氯化铝（以 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 计）w/ %	≥ 98.0	96.0	93.0
氧化铝（ Al_2O_3 ）w/ %	≥ 20.7	20.3	19.6
铁（Fe）w/ %	≤ 0.002	0.010	0.050
水不溶物 w/ %	≤ 0.025	0.10	0.10
重金属（以 Pb 计）w/ %	≤ 0.005	0.010	0.020

5 试验方法

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

5.1 一般规定

本标准所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.2 外观判别

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.3 氯化铝含量的测定

5.3.1 氯化锌返滴定法（仲裁法）

5.3.1.1 原理

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）反应，生成络合物。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滴定过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）。

5.3.1.2 试剂或材料

5.3.1.2.1 乙酸钠溶液：272 g/L。

5.3.1.2.2 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.1.2.3 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.1.2.4 二甲酚橙指示液（2 g/L）。

5.3.1.3 试验步骤

称取约 3 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加水溶解, 全部转移至 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。分别用移液管移取 10 mL 试验溶液、20 mL 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液, 置于 250 mL 锥形瓶中, 煮沸 1 min, 冷却至室温, 加 5 mL 乙酸钠溶液和 2 滴二甲酚橙指示液 (2 g/L), 加 50 mL 水, 用氯化锌标准滴定溶液滴定至浅粉红色即为终点。

同时同样做空白试验, 空白试验溶液除不加试样外, 其他加入试剂的种类和量 (标准滴定溶液除外) 与试验溶液相同。

5.3.1.4 试验数据处理

氯化铝含量以六水氯化铝 ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times 10^{-3} \times c M_1}{m \times 10 / 250} \times 100\% - \frac{M_1}{M_2} \times w_3 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗氯化锌标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——滴定试验溶液消耗氯化锌标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——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 ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_1=241.42$);

m ——试料质量的数值, 单位为克 (g);

M_2 ——铁 (Fe) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_2=55.85$);

w_3 ——由 5.5 测定的铁 (Fe) 的质量分数。

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 0.3 %。

5.3.2 硫酸铜返滴定法

5.3.2.1 原理

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 反应, 生成络合物。在 pH 约为 4.3 时, 以 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN) 为指示剂, 用硫酸铜标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠 (EDTA)。

5.3.2.2 试剂或材料

5.3.2.2.1 氨水溶液: 1+1。

5.3.2.2.2 盐酸溶液: 1+1。

5.3.2.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈4.3), 称取 42.3 g 无水乙酸钠溶于水中, 加入 80 mL 冰乙酸, 用水稀释至 1 000 mL, 摇匀。

5.3.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2.5 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2.6 甲基橙指示液 (1 g/L)。

5.3.2.2.7 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN) 指示剂, 称取 0.2 g 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN), 溶于 100 mL 95 % 乙醇中。

5.3.2.3 试验步骤

称取约 3 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加水溶解, 全部转移至 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。分别用移液管移取 10 mL 试验溶液、20 mL 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加水至约 100 mL 水, 加 2 滴甲基橙指示液 (1 g/L), 用氨水溶液调节至溶液颜色有红色突变为黄色, 再加 2 滴盐酸溶液、15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈4.3), 煮沸 2 min, 加 4 滴~5 滴 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN) 指示剂, 稍冷 (约 95 °C), 用硫酸铜标准滴定溶液滴定至紫红色即为终点。

同时同样做空白试验, 空白试验溶液除不加试样外, 其他加入试剂的种类和量 (标准滴定溶液除外) 与试验溶液相同。

5.3.2.4 试验数据处理

氯化铝含量以六水氯化铝 ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times 10^{-3} \times cM_1}{m \times 10/250} \times 100\% - \frac{M_1}{M_2} \times w_3 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——滴定试验溶液消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——硫酸铜标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

M_1 ——六水氯化铝 ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_1=241.42$);

m ——试样质量的数值, 单位为克 (g);

M_2 ——铁 (Fe) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_2=55.85$);

w_3 ——由 5.5 测定的铁 (Fe) 的质量分数。

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 0.3 %。

5.4 氧化铝含量的计算

氧化铝含量以氧化铝 (Al_2O_3) 的质量分数 w_2 计, 按公式 (3) 计算:

$$w_2 = \frac{M_1}{M_2} \times w_1 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

M_1 ——氧化铝 ($1/2\text{Al}_2\text{O}_3$) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_1=50.98$);

M_2 ——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) ($M_2=241.42$);

w_1 ——由 5.3 测定的六水氯化铝 ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 的质量分数。

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 0.1 %。

5.5 铁含量的测定

5.5.1 原理

同GB/T 3049—2006第3章。

5.5.2 试剂或材料

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.5.3 仪器设备

分光光度计：带有4 cm或5 cm比色皿。

5.5.4 试验步骤

5.5.4.1 标准曲线的绘制

按GB/T 3049—2006中6.3的规定，使用4 cm或5 cm比色皿及相应的铁标准溶液用量，绘制铁含量为0.01 mg~0.1 mg标准曲线。

5.5.4.2 试验

称取适量试样（优等品、一等品约 20 g，合格品约 4 g），精确至 0.000 2 g，置于 400 mL 烧杯中，加 100 mL 水、2 mL 盐酸溶液，加热煮沸 5 min，使其全部溶解，冷却后全部转移至 500 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 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 的规定从“必要时，加水至 60 mL……”开始进行操作。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.5.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 20/500} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

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为：优等品不大于 0.000 2 %，一等品不大于 0.00 1 %，合格品不大于 0.005 %。

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 原理

试样溶于水后,经过滤、洗涤、干燥后,烘干至质量恒定,根据烘干后残留物的量,确定水不溶物的含量。

5.6.2 试剂或材料

硝酸银溶液(17 g/L)。

5.6.3 仪器设备

5.6.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm~15 μm。

5.6.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C±2 °C。

5.6.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,搅拌使其全部溶解后,用已于 105 °C±2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤至无氯离子为止[用硝酸银溶液(17 g/L)检验],将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 105 °C±2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.6.5 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_4 ,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——干燥后水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

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 0.005 %。

5.7 重金属含量的测定

5.7.1 原理

试样用水溶解后,在弱酸介质(pH≈3.5)中,硫离子与试验溶液中的重金属离子生成棕褐色沉淀,与同法处理的铅标准比色溶液比对。

5.7.2 试剂或材料

5.7.2.1 氨水溶液:1+1。

5.7.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.3 乙酸盐缓冲溶液(pH≈3.5),称取 25.0 g 乙酸铵,加 25 mL 水溶解,加 45 mL 盐酸溶液,再用稀盐酸(5%)或氨水(2.5%)调节 pH 值至 3.5,用水稀释至 100 mL。

5.7.2.4 硫化钠溶液。

5.7.2.5 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.010 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

5.7.3 试验步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加少量水溶解，用氨水溶液或盐酸溶液调至 $\text{pH} \approx 3.5$ （用精密 pH 试纸检验），再全部转移至 50 mL 比色管中，加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液、5 滴硫化钠溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。置于白色背景下与标准比色溶液比对，所呈颜色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液分别移取铅标准溶液：优等品 5.00 mL，一等品 10.00 mL、合格品 20.00 mL，与试样同时同样处理。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一级别的工业结晶氯化铝为一批。每批产品不超过 100 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 $3/4$ 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 工业结晶氯化铝包装上应有牢固清晰的标志，内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 第 2 章规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业结晶氯化铝都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

- 8.1 工业结晶氯化铝采用内衬两层聚乙烯塑料袋和外套塑料编织袋三层包装。内袋热合，外袋应牢固缝合，无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 50 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。
- 8.2 工业结晶氯化铝在运输过程中应防止雨淋、受热、受潮。
- 8.3 工业结晶氯化铝应贮存于通风、阴凉、干燥处，防止雨淋、受热、受潮。
-