

ICS 13.060.99
G 77
备案号：56378—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5007—2016

水处理剂用三水铝石

Gibbsite for water treatment chemicals

2016-10-22 发布

2017-04-01 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（SAC/TC63）归口。

本标准起草单位：深圳市中润水工业技术发展有限公司、海南中岛能源开发有限公司、清水源（上海）环保科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、嘉善绿野环保材料厂、重庆大学。

本标准主要起草人：李润生、付春平、周亚洲、朱传俊、张旭、俞佳情、黄茂平、李翠娥、邵宏谦、白莹、郑怀礼、王妍。

水处理剂用三水铝石

警告——本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性，使用时应避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗，严重时应立即就医。

1 范围

本标准规定了水处理剂用三水铝石的技术要求，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于水处理剂用三水铝石。该产品主要用于工业用水和各种废水处理用水处理剂及无机化工产品的生产原料。

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 包装储运图示标志
- 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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法
- GB/T 1345 水泥细度检验方法 筛析法
- 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和判定
- GB 9774 水泥包装袋
- GB/T 12573 水泥取样方法

3 技术要求

- 3.1 外观：褐红色粉末。
- 3.2 细度：三水铝石细度按 GB/T 1345 测定，0.18 mm 筛余物 $<5\%$ 。
- 3.3 水处理剂用三水铝石按相应的试验方法测定，应符合表 1 的规定。

表 1

指标名称	指 标	试验方法
氧化铝(以 Al_2O_3 计)质量分数 $w_1/\%$	\geqslant 50.0	4. 2
铁(Fe)质量分数 $w_2/\%$	\leqslant 20.0	4. 3
可溶氧化铝(以 Al_2O_3 计)质量分数 $w_3/\%$	\geqslant 37.0	4. 4
铅(Pb)质量分数 $w_4/\%$	\leqslant 0.005	4. 5
铬(Cr)质量分数 $w_5/\%$	\leqslant 0.05	4. 6
砷(As)质量分数/%	\leqslant 0.001	4. 7
镉(Cd)质量分数 $w_6/\%$	\leqslant 0.0005	4. 8

4 试验方法

4.1 通则

本标准所用试剂和水，除非另有规定，仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、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 的规定制备。

4.2 氧化铝(以 Al_2O_3 计)含量的测定

4.2.1 方法提要

在 pH 值 4.3 时使乙二胺四乙酸二钠(EDTA)与铝离子络合，以 PAN 为指示剂，用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氢氧化钠。

4.2.2.2 盐酸溶液：1+1。

4.2.2.3 硝酸溶液：1+1。

4.2.2.4 氨水溶液：1+1。

4.2.2.5 缓冲溶液：pH 值为 4.3。

将 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 L，摇匀。

4.2.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.7 硫酸铜标准滴定溶液： $c(\text{CuSO}_4) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.8 甲基橙指示液：1 g/L。

4.2.2.9 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂溶液。

将 0.2 g PAN 溶于 100 mL 95% (V/V) 乙醇溶液中。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 试液的制备

称取约 0.5 g 试样(m)，精确至 0.2 mg。置于镍坩埚中，加入约 3 g~5 g 氢氧化钠，在 600 °C~700 °C 的高温下熔融 20 min~30 min。取出，冷却，将坩埚放入已盛有 100 mL 近沸腾水的烧杯中，

盖上表面皿，在电炉上加热。待熔块完全浸出后，取出坩埚，用少量盐酸溶液洗净坩埚和盖，然后用水冲洗。在搅拌下加入 20 mL~30 mL 盐酸溶液和 10 滴硝酸溶液，将溶液加热至沸。冷却，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此为试液 A，供测定氧化铝和铁。

4.2.3.2 测定

移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中，加入 30.00 mL 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液，加水至约 100 mL。将溶液加热至 70 ℃~80 ℃，滴加 2 滴甲基橙指示液，用氨水溶液将试液颜色调至红色突变为黄色，再加入 2 滴盐酸溶液，加入 15 mL 缓冲溶液，煮沸 2 min。取下，稍冷，加入 5 滴~6 滴 PAN 指示剂溶液，用硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

4.2.4 结果计算

氧化铝 (Al_2O_3) 含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 c_1 - V_C)(M/2) \times 10^{-3}}{m V_2 / V_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——移取乙二胺四乙酸二钠（EDTA）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（EDTA）标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定时试液消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸铜标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_2 ——移取试液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）($V_2=25$)；

V_A ——试液 A 的总体积的数值，单位为毫升（mL）($V_A=250$)；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

M ——氧化铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(\text{Al}_2\text{O}_3)=101.86$]。

4.2.5 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 0.35 %。

4.3 铁（Fe）含量的测定

4.3.1 方法提要

在 pH 值 1.5~2.0、温度为 60 ℃~70 ℃ 的溶液中，以碘基水杨酸钠为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液直接络合滴定。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

4.3.2.2 氨水溶液：1+1。

4.3.2.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.4 碘基水杨酸钠指示液：100 g/L。

4.3.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 2 mL 盐酸溶液，煮沸 1 min。用氨水溶液和盐酸溶液调节 pH 值至 1.5~2.0（用 0.5~5.0 精密 pH 试纸检查），将溶液加热至约 70 ℃，加入 10 滴碘基水杨酸钠指示液，用 EDTA 标准滴定溶液缓慢滴定至亮黄色。

进行抽滤。待滤液抽干后，用水洗涤磨口三角烧瓶，并用水洗涤滤渣，反复洗滤，每次用水不超过20 mL。滤液移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此为试液B。

4.4.4.2 测定

移取20.00 mL试液B于250 mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。此为试液C。

移取10.00 mL试液C于250 mL锥形瓶中，加入2 mL盐酸溶液、10 mL水，煮沸1 min。取下，加入30.00 mL乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液，滴加2滴甲基橙指示液，用氨水溶液将试液颜色调至红色突变为黄色，再加入2滴盐酸溶液，用氨水溶液调节溶液pH值为3.5~4.0。加入15 mL缓冲溶液，煮沸2 min。取下，稍冷，加入5滴~6滴PAN指示剂溶液，用硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

4.4.5 结果计算

可溶氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式(3)计算：

$$w_3 = \frac{(V_1 c_1 - V_C)(M/2) \times 10^{-3}}{m V_2 V_3 / (V_B V_C)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V_1 ——移取乙二胺四乙酸二钠(EDTA)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(EDTA)标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定时试液消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——硫酸铜标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_2 ——移取试液B的体积的数值，单位为毫升(mL)($V_2=20$)；

V_3 ——移取试液C的体积的数值，单位为毫升(mL)($V_3=10$)；

V_B ——试液B的总体积的数值，单位为毫升(mL)($V_B=250$)；

V_C ——试液C的总体积的数值，单位为毫升(mL)($V_C=250$)；

m ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

M ——氧化铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Al}_2\text{O}_3)=101.86$]。

4.4.6 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0.35%。

4.5 铅含量的测定

4.5.1 方法提要

采用电加热原子吸收光谱法，在波长283.3 nm处测定吸光度，求出铅含量。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 水：GB/T 6682，二级。

4.5.2.2 硝酸溶液：1+1。

4.5.2.3 铅标准贮备液：0.1 mg/mL。

4.5.2.4 铅标准溶液：1 mL溶液含1 μg Pb。

移取10.00 mL铅标准贮备液，放入1000 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.3 仪器和设备

- 4.5.3.1 微量进液装置：装有按钮式 $5 \mu\text{L} \sim 500 \mu\text{L}$ 微量液体流量计或自动进样器。
 - 4.5.3.2 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。
 - 4.5.3.3 发热炉：石墨或耐高温金属制。
 - 4.5.3.4 铅空心阴极灯。

4.5.4 分析步骤

- 4.5.4.1 分别移取 0.00 mL (空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 硝酸溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀。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。以铅标准溶液的质量浓度 ($\mu\text{g/L}$) 为横坐标、相应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线或计算回归方程。

4.5.4.2 移取适量体积的试液 B (4.4.4.1), 按 4.5.4.1 操作, 测定。由校准曲线或回归方程得出铅的质量浓度。

4.5.5 结果计算

铅含量以质量分数 w_+ 计, 数值以%表示, 按公式 (4) 计算:

$$w_4 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_B} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

ρ ——试样中铅的质量浓度的数值，单位为微克每升 ($\mu\text{g}/\text{L}$)；

V——测定时试样溶液的总体积的数值，单位为毫升（mL）（V=50）；

V_1 ——移取试液 B 的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_B ——试液 B 的总体积的数值, 单位为毫升 (mL) ($V_B=250$);

m_0 ——试样的质量的数值，单位为克(g)。

4.5.6 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 0.0005%。

4.6 铬含量的测定

4.6.1 方法提要

用原子吸收火焰光谱法，在波长 357.9 nm 处以空气-乙炔火焰测定铬原子的吸光度，求出铬含量。

4.6.2 试剂与材料

- 4.6.2.1 水: GB/T 6682, 二级。
4.6.2.2 硝酸溶液: 1+1。
4.6.2.3 铬标准贮备液: 1 mL 溶液含有 0.1 mg Cr。
4.6.2.4 铬标准溶液: 1 mL 溶液含 0.05 mg Cr。

移取 50.00 mL 铬标准贮备液于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.3 仪器和设备

- #### 4. 6. 3. 1 原子吸收分光光度计。 4. 6. 3. 2 铬空心阴极灯。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL (空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液于 5 个 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。此标准系列含铬量分别为 0.00 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg、0.20 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或计算回归方程。

4.6.4.2 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件，以空白调零，测定试液 B 的吸光度，从校准曲线上求得相应的铬含量。

4.6.5 结果计算

铬含量以质量分数 w_5 计, 数值以%表示, 按公式 (5) 计算:

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

式中：

m——由校准曲线或回归方程得到的铬的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——试样的质量的数值，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 0.005 %。

4.7 砷含量的测定（砷斑法）

4.7.1 方法提要

在酸性溶液中，用碘化钾和氯化亚锡把 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产生棕黄色斑点，与标准色斑目视比较。

4.7.2 试剂与材料

4.7.2.1 水: GB/T 6682, 二级。

4.7.2.2 无砷锌粒。

4.7.2.3 碘化钾。

4.7.2.4 硫酸溶液：1+1。

4.7.2.5 氯化亚锡盐酸溶液: 400 g/L。

4.7.2.6 砷标准溶液: 1 mL 溶液含 0.001 mg As。

将按 GB/T 602 配制的砷标准溶液稀释 100 倍。此溶液用时现配。

4.7.2.7 溴化汞试纸。

4.7.2.8 乙酸铅棉花。

4.7.3 仪器和设备

定碑器：见 GB 610—2008 图 1。

4.7.4 分析步骤

移取(250/m) mL试液B,置于定砷器的广口瓶中,加水至约50mL。加入4mL硫酸溶液、1g碘化钾及2mL氯化亚锡盐酸溶液,摇匀,放置15min。加入3g无砷锌粒,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管塞紧于广口瓶上,于暗处放置1h。溴化汞试纸所呈黄色不得深于标准色。

标准色斑的制备：移取 3 mL 或 5 mL 砷标准溶液，置于定砷器的广口瓶中，与试液同时、同样处理。

4.8 镉含量的测定

4.8.1 方法提要

采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。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 水: GB/T 6682, 二级。

4.8.2.2 硝酸溶液：1+1。

4.8.2.3 镉标准贮备液: 0.1 mg/mL。

4.8.2.4 镉标准溶液：1 mL 含 0.1 μg Cd。

移取 10.00 mL 镉标准贮备液放入 1000 mL 容量瓶中，加入 20 mL 硝酸溶液，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，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液用时现配。

4.8.3 仪器和设备

4.8.3.1 微量进液装置：装有按钮式 $5\text{ }\mu\text{L}$ — $500\text{ }\mu\text{L}$ 微量液体流量计或自动进样器。

4.8.3.2 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。

4.8.3.3 发热炉：石墨或耐高温金属制。

4.8.3.4 镍空心阴极灯。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 分别移取 0.00 mL (空白)、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铬标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 硝酸溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀。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。以镉标准溶液的质量浓度 ($\mu\text{g/L}$) 为横坐标、相应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线或计算回归方程。

4.8.4.2 移取适量体积的试液 B (4.4.4.1), 按 4.8.4.1 操作, 测定。由校准曲线或回归方程得出镉的质量浓度。

4.8.5 结果计算

镉含量以质量分数 w_6 计, 数值以%表示, 按公式 (6) 计算:

$$\omega_6 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_t / V_u} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

式中：

ρ ——由校准曲线或回归方程得到的试样中镉的质量浓度的数值, 单位为微克每升 ($\mu\text{g}/\text{L}$);

V——测定时试样溶液的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=50$ ）；

V_1 ——移取试液 B (4.4.4.1) 的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
 V_B ——试液 B (4.4.4.1) 的总体积的数值, 单位为毫升 (mL) ($V_B = 250$);
 m_0 ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

4.8.6 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 %。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为型式检验项目。在正常生产情况下, 每 6 个月至少进行一次型式检验或依据客户要求而定。其中细度、氧化铝 (以 Al_2O_3 计)、铁 (Fe) 含量、可溶氧化铝 (以 Al_2O_3 计) 指标应逐批检验。

5.2 水处理剂用三水铝石每批产品不超过 120 t。

5.3 按 GB/T 12573 取样。每一批号取得的试料分为两份, 一份由检验部门按本标准进行检验, 另一份密封保存 3 个月备查。

5.4 检验结果按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

5.5 检查项目如有一项不符合本标准要求, 应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果仍有一项不符合本标准要求时, 该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 水处理剂用三水铝石包装袋应符合 GB 9774 的要求。每袋净质量 50 kg、500 kg 或依顾客要求而定。

6.2 水处理剂用三水铝石包装袋上应涂刷牢固、清晰的标志, 内容包括生产厂名、产品名称、商标、净质量、批号、生产日期、本标准编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

6.3 每批出厂的水处理剂用三水铝石都应附有质量检验报告及质量合格证。

6.4 水处理剂用三水铝石在运输过程中应有遮盖物, 避免雨淋、受潮, 并保持包装完整、标志清晰。

6.5 水处理剂用三水铝石应贮存在通风、干燥的库房内, 产品贮存期为 2 年。