

ICS 71. 100. 80
G 77
备案号:41856—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4537—2013

水处理剂 聚硅硫酸铝

Water treatment chemicals—Poly silicate aluminum sulfate

2013-10-17 发布

2014-03-01 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水处理剂分技术委员会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准负责起草单位:同济大学、中海油天津化工研究设计院、江门慧信环保股份有限公司、嘉善绿野环保材料厂、嘉善海峡净水灵化工有限公司。

本标准主要起草人:李风亭、朱传俊、蒋志飞、俞明华、沈烈翔、邵宏谦、杨玉梅。

水处理剂 聚硅硫酸铝

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 聚硅硫酸铝的要求、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 聚硅硫酸铝。该产品主要用于工业给水以及各种废水、污水处理。

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—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 6678 化工产品采样总则

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

3.1 外观:无色至黄褐色、透明或半透明液体。

3.2 水处理剂 聚硅硫酸铝按相应的试验方法测定应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标	试验方法
氧化铝(以 Al ₂ O ₃ 计)的质量分数/%	≥ 7.0	4.2
二氧化硅(SiO ₂)的质量分数/%	0.20~1.0	4.3
盐基度/%	35.0~65.0	4.4
酸不溶物的质量分数/%	≤ 0.20	4.5
pH(原液)	3.0~4.0	4.6

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 中的三级水。

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 之规定制备。

4.2 氧化铝(以 Al₂O₃ 计)含量的测定方法

4.2.1 方法提要

用硝酸将试样解聚,在 pH 值为 3 的条件下,加过量的乙二胺四乙酸二钠标准溶液使 EDTA 与铝离子络合,然后用氯化锌标准滴定溶液回滴过量 EDTA 溶液。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 硝酸溶液:1+12。

4.2.2.2 氨水溶液:1+1。

4.2.2.3 盐酸溶液:1+1。

4.2.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=5.5)。

称取乙酸钠(三水)272 g 溶于水中,加冰乙酸 19 mL,稀释至 1 000 mL。

4.2.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液:c(EDTA)约为 0.05 mol/L。

4.2.2.6 氧化铝标准溶液:1 mL 含 0.001 g Al₂O₃。

称取 0.529 3 g 高纯铝(≥99.99 %),精确至 0.2 mg。置于 200 mL 聚乙烯杯中,加水 20 mL,加氢氧化钠约 3 g,使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热)。用盐酸溶液调节至酸性后再加 10 mL,使其透明,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.2.2.7 氯化锌标准滴定溶液:c(ZnCl₂)约 0.025 mol/L。

4.2.2.7.1 配制

称取 3.5 g 氯化锌(ZnCl₂),溶于盐酸溶液[0.05 %(体积分数)]中,稀释至 1 L,摇匀。

4.2.2.7.2 标定

移取 20.00 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加百里酚蓝指示液三至四滴,用氨水溶液中和至试液从红色到黄色,煮沸 2 min。冷却后加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和四滴二甲酚橙指示液,加水 50 mL,用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色即为终点。读出氯化锌标准溶液的消耗量 V₀(mL)。

移取 20.00 mL EDTA 溶液和 40 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加百里酚蓝指示液三至四滴,用氨水溶液中和至试液从红色到黄色,煮沸 2 min。冷却后加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和四滴二甲酚橙指示液,加水 50 mL,用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色即为终点。读出氯化锌标准溶液的消耗量 V(mL)。

4.2.2.7.3 结果计算

氯化锌标准滴定溶液浓度 c(ZnCl₂),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(1)计算:

$$c(\text{ZnCl}_2) = \frac{V_1 c_1 \times 10^3}{(M/2)(V_0 - V)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V₁——氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c₁——氧化铝标准溶液的浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

M——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=101.96);

V₀——空白消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V——返滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.2.2.8 百里酚蓝指示液:1 g/L 乙醇溶液。

4.2.2.9 二甲酚橙指示液:2 g/L。

4.2.3 测定步骤

称取约 8 g 试样,精确至 0.2 mg。加入 20 mL~30 mL 盐酸溶液和 10 滴硝酸溶液,加水至约 100 mL,之后将溶液加热煮沸 2 min。冷却后移入 250 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A,供测定氧化铝。

移取 10 mL 试液 A 置于 250 mL 锥形瓶中,加入 20.00 mL EDTA 标准滴定溶液,加百里酚蓝指示液三至四滴,用氨水溶液中和至试液从红色到黄色,煮沸 2 min。冷却后加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲

溶液和四滴二甲酚橙指示液,加水 50 mL,用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色即为终点,同时做空白试验。

4.2.4 结果计算

氧化铝(Al_2O_3)的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM/2}{m \times (10/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——测定试样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 ——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 ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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:产品不大于 0.1%。

4.3 二氧化硅的测定

4.3.1 方法提要

在酸性溶液中,硅酸与钼酸铵生成黄色配合物,再用抗坏血酸将其还原成蓝色配合物,以分光光度计于 660 nm 处测定溶液吸光度。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 无水碳酸钠。

4.3.2.2 硝酸溶液:1+9。

4.3.2.3 盐酸溶液:1+1。

4.3.2.4 盐酸溶液:1+11。

4.3.2.5 乙醇溶液:体积分数 95%或无水乙醇。

4.3.2.6 钼酸铵溶液:50 g/L。将 5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水,加水稀释至 100 mL,过滤后贮存于塑料瓶中。此溶液可保存约一周。

4.3.2.7 抗坏血酸溶液:5 g/L。将 0.5 g 抗坏血酸溶于 100 mL 水中,过滤后贮存于棕色瓶中,保存期为 15 d。

4.3.2.8 二氧化硅标准储备溶液:1.00 mL 含有 0.2 mg 二氧化硅。称取 0.200 0 g 经 1 000 °C ~ 110 0 °C 灼烧过 30 min 以上的二氧化硅(SiO_2),精确至 0.1 mg,置于铂坩埚中,加入 2 g 无水碳酸钠,搅拌均匀,在 1 000 °C ~ 1 100 °C 高温下熔融 15 min。冷却,用水将熔块浸出于盛有热水的 300 mL 塑料瓶中,待全部溶解后冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,移入塑料瓶中保存。

4.3.2.9 二氧化硅标准溶液:1.00 mL 含有 0.02 mg 二氧化硅。移取 10.00 mL 二氧化硅标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。移入塑料瓶中保存。

4.3.3 测定步骤

4.3.3.1 校准曲线的绘制

移取二氧化硅标准溶液 0、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL、15.00 mL 分别放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释约 40 mL,依次加入 5 mL 盐酸溶液、8 mL 乙醇溶液、6 mL 钼酸铵溶液,放置 30 min。加入 20 mL 盐酸溶液、5 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至标线,摇匀。放置 1 h 后,使用分光光度计,10 mm 比色皿,以水作参比,于 660 nm 处测定溶液的吸光度。以二氧化硅含量为横坐标,相对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线或计算出回归方程。

4.3.3.2 试样的测定

称取约 2 g 试样,精确至 0.2 mg,置于烧杯中。加入 10 mL 硝酸溶液,加水 50 mL,煮沸 2 min。冷

却至室温后,移入 250 mL 容量瓶中,加水稀释至标线,摇匀,此为试液 B。

移取 10.00 mL 试液 B 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。然后移取 10.00 mL 该溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 40 mL。加 5 mL 盐酸溶液、8 mL 乙醇溶液、6 mL 钼酸铵溶液,20 ℃~30 ℃放置 10 min~20 min。

加 20 mL 盐酸溶液、5 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 1 h 后,使用分光光度计、10 mm 比色皿,以水作参比,于 660 nm 处测定溶液的吸光度,通过校准曲线上查得或按回归方程计算出二氧化硅的含量。

4.3.4 结果计算

二氧化硅的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{(m/250) \times (10/100) \times 10} \times 100 \% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得二氧化硅的含量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.3.5 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 %。

4.4 盐基度的测定

4.4.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液,以氟化钾掩蔽铝离子,以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.5 mol/L。

4.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.5 mol/L。

4.4.2.3 酚酞指示液: 10 g/L 乙醇溶液。

4.4.2.4 氟化钾溶液: 500 g/L。称取 500 g 氟化钾,以 200 mL 不含二氧化碳的水溶解后,稀释至 1 000 mL。加入两滴酚酞指示液并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液呈微红色,滤去不溶物后贮于塑料瓶中。

4.4.3 分析步骤

移取约 1 g 试样,精确到 0.2 mg,置于 250 mL 磨口瓶中,加 20.00 mL 盐酸标准溶液,摇匀后再加 20 mL 水,接上磨口玻璃冷凝管,煮沸回流 2 min,冷却至室温。转移至聚乙烯杯中,加入 20 mL 氟化钾溶液,摇匀。加入五滴酚酞指示液,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈现微红色即为终点。同时用不含二氧化碳的水作空白试验。

4.4.4 结果计算

盐基度 w_3 ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{[(V_0/1\,000 - V/1\,000)c - 4mw_2/M_1]M_2}{mw_1 \times 0.529\,3/8.994} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——测定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——4.2 中测得的氧化铝的质量分数,以%表示;

w_2 ——4.3 中测得的二氧化硅的质量分数,以%表示;

M_1 ——二氧化硅(SiO_2)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=60.08$);

M_2 ——氢氧根(OH^-)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=16.99$);

4——单硅酸生成氟硅酸钾沉淀所产生的氢氧根(OH^-)与单硅酸之间的比例系数;

0.5293—— Al_2O_3 折算成Al的系数;

8.994——($1/3\text{Al}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

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 不溶物含量的测定

4.5.1 方法提要

试样用pH值为2~3的水溶解后,经过滤、洗涤、烘干至恒量,求出不溶物含量。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氯化钡溶液:100 g/L。

4.5.2.2 盐酸溶液:约0.5 mol/L。

4.5.2.3 稀释用水(pH值2.0~2.5)的配制:取1 L水,边搅拌边加入约22 mL盐酸溶液,调节pH值至2.0~2.5(用酸度计测量)。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 电热恒温干燥箱:10℃~200℃。

4.5.3.2 布氏漏斗: $d=100$ mm。

4.5.4 分析步骤

称取约10 g试样,精确至0.001 g。置于250 mL烧杯中,加入约150 mL稀释用水,充分搅拌,使试样溶解。然后,在布氏漏斗中,用恒量的中速定量滤纸抽滤。

用水洗至无 SO_4^{2-} 时(用氯化钡溶液检验),将滤纸连同滤渣于100℃~105℃干燥至恒量。

4.5.5 结果计算

酸不溶物的质量分数 w_4 ,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_2 ——滤纸和滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——滤纸的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,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0.01%。

4.6 pH值的测定

4.6.1 仪器、设备

酸度计:精度0.02 pH单位,配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

4.6.2 测定步骤

将试样溶液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出pH值。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过50 t。

5.3 按GB/T 6678规定确定采样单元数。

5.4 采样时先充分搅匀,用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的三分之二处采样。总量不少于1 000 mL。充分混匀,分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶或聚乙烯瓶中,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 采用GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

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、标签和包装

6.1 水处理剂 聚硅硫酸铝包装桶上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名称、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“向上”标志。

6.2 每批出厂的水处理剂 聚硅硫酸铝都应附有质量检验报告及质量合格证。

6.3 水处理剂 聚硅硫酸铝产品采用耐腐蚀槽罐车或塑料桶包装。

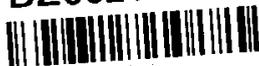
6.4 水处理剂 聚硅硫酸铝应贮存于通风干燥的库房内,产品贮存期为三个月。

中华人民共和国
化工行业标准
水处理剂 聚硅硫酸铝
HG/T 4537—2013

出版发行：化学工业出版社
(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂
880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数13千字
2014年2月北京第1版第1次印刷
书号：155025·1681

BZ002103187



购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00元

版权所有 违者必究