

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

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/%	≥	95.5	90.0	—	4.2
氧化铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )质量分数/%	≥	20.0	19.0	10.0	4.2
铁(Fe)质量分数/%	≤	0.02	1.0	0.50	4.3
不溶物质量分数/%	≤	0.10	0.10	0.20	4.4
砷(As)质量分数/%	≤	0.000 2	0.000 4	0.000 2	4.6
铅(Pb)质量分数/%	≤	0.001	0.002	0.001	4.7
镉(Cd)质量分数/%	≤	0.000 2	0.000 4	0.000 2	4.8
汞(Hg)质量分数/%	≤	0.000 01	0.000 02	0.000 02	4.9
六价铬( $\text{Cr}^{6+}$ )质量分数/%	≤	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:

$$w_1 = \frac{(V_1 c_1 / 1\,000 - V_2 c_2 / 1\,000) M_1}{m_0 \times 10 / 250} \times 100 - \frac{M_1}{M_3} w_3 \dots\dots\dots (1)$$

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,%;

$m_0$ ——试料质量的数值,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( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )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( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )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  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ 。

#### 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:

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

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,临用时移取此溶液 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);

$m_0$ ——试料质量的数值,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 1000 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 1000 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:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1000} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$m$ ——试样中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——试料质量的数值,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0.0002%。

#### 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0.0001 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 μL~500 μL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:

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

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0.00005%。

#### 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 0.000 1 %。

### 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。
-

中华人民共和国  
化工行业标准

**水处理剂 氯化铝**

HG/T 3541-2011

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1 字数27千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·0995

---

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：14.00元

版权所有 违者必究