

ICS 13.060.99

G 77

备案号: 15008—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3746—2004

水处理剂用 铝酸钙

Calcium aluminate for water treatment chemicals

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

本标准的全部技术内容为强制性的。

本标准非等效采用 BS915《高铝水泥》、ГОСТ 969—77《高铝水泥技术条件》、JIS R2522：1995《耐火材料用高铝水泥化学分析方法》等标准，并根据我国铝酸钙行业的实际情况制定而成。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化标委水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：天津化工研究设计院、深圳中润水工业技术发展公司、同济大学城市污染控制国家工程研究中心、贵州省白云特种水泥厂、河南新密北方耐火工业有限公司、阳泉中旭经贸发展有限公司、巩义市中宝耐材有限责任公司、巩义市华通水泥厂、巩义市芝田净化剂厂、贵州宇丰熔料有限公司。

本标准主要起草人：李润生、江霜英、邵宏谦、张林池、张佳丽、杜宜忠、赵金花、张元君、周秋涛、李文献。

本标准委托全国化标委水处理剂分会(SAC/TC 63/SC5)负责解释。

水处理剂用 铝酸钙

1 范围

本标准规定了水处理剂用 铝酸钙的技术要求、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用 铝酸钙。该产品主要用于饮用水、工业用水和各种废水处理用聚氯化铝等的生产原料。

示性式： $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 。

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 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 205 铝酸盐水泥化学分析方法

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 试验方法中所用试剂及制品的制备（neq ISO 6353/1：1982）

GB/T 1345 水泥细度检验方法

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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

GB 9774 水泥包装袋

GB 12573 水泥取样方法

GB 15892—2003 水处理剂 聚氯化铝

3 技术要求

3.1 外观：灰白色至褐红色粉末。

3.2 细度：0.080 mm 方孔筛筛余物不得大于 15%。

3.3 水处理剂用 铝酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

指 标 名 称	指 标	
	优等品	合格品
氧化铝（以 Al_2O_3 计）含量，%	≥ 58.0	≥ 55.0
可溶氧化铝（以 Al_2O_3 计）含量，%	≥ 55.0	≥ 50.0
氧化钙（CaO）含量，%	27.0~36.0	
过滤时间，min	≤ 5.0	≤ 10.0
酸不溶物含量，%	≤ 15.0	≤ 20.0
铅（Pb）含量，%	≤ 0.003	
铬[Cr(VI)]含量，%	≤ 0.002	
砷（As）含量，%	≤ 0.000 3	
镉（Cd）含量，%	≤ 0.000 1	

4 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。

4.1 氧化铝(以 Al_2O_3 计)含量的测定

4.1.1 方法提要

在 pH4.3 时使 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 EDTA 标准滴定溶液。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

4.1.2.2 氢氧化钠。

4.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.4 硝酸溶液:1+1。

4.1.2.5 硝酸溶液:1+9。

4.1.2.6 氨水溶液:1+1。

4.1.2.7 pH4.3 缓冲溶液:将 42.3 g 无水乙酸钠溶于水,加 80 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 L,摇匀。

4.1.2.8 氧化铝标准溶液:1 mL 含 1.00 mg Al_2O_3 。

称取 0.529 3 g 高纯铝(纯度 99.99% 以上),精确至 0.000 2 g。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),冷却,移入 1 000 mL 烧杯,用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后多加 10 mL,使其透明,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶,移至刻度,摇匀。

4.1.2.9 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4)=0.02 \text{ mol/L}$ 。

(1)标准滴定溶液的配制:将 5.0 g 硫酸铜溶于水,加 4 滴硫酸溶液(1+1),用水稀释至 1 L,摇匀。

(2)EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定。

移取 20 mL EDTA 标准滴定溶液,于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至约 100 mL,加 15.00 mL pH4.3 缓冲溶液,加热至沸腾,取下稍冷,加 5 滴 PAN 指示剂溶液,用硫酸铜标准滴定溶液滴定至蓝色。

EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比 k_1 按式(1)计算:

$$k_1 = \frac{V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

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

(1)标准滴定溶液的配制:称取 8.0 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠)置于烧杯中,加入约 200 mL 水,加热溶解,用水稀释至 1 L。

(2)EDTA 标准滴定溶液浓度的标定。

移取 20.00 mL 氧化铝标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 40.00 mL EDTA 标准滴定溶液,用水稀释至约 100 mL。将溶液加热至 70℃~80℃,用氨水溶液调节溶液 pH3.5~pH4.0,加 15 mL pH4.3 缓冲溶液,煮沸 2 min,取下稍冷,加 5 滴~6 滴 PAN 指示剂,以硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

EDTA 标准滴定溶液对氧化铝的滴定度 $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 按式(2)计算:

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{c_1 V_3}{V_4 - k_1 V_5} \quad (2)$$

式中:

- c_1 ——铝标准溶液的浓度(以 Al_2O_3 计),单位为毫克每毫升(mg/mL);
 V_3 ——移取铝标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_4 ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 k_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数;
 V_5 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度 T_{CaO} 按式(3)计算:

$$T_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times 56.08}{50.98} \quad (3)$$

式中:

- $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化铝的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 56.08—— CaO 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
 50.98—— $1/2\text{Al}_2\text{O}_3$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.1.2.11 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%(体积分数)乙醇溶液中。

4.1.3 分析步骤

称取 0.5 g 试样(m_1),精确至 0.000 1 g,置于银坩埚中,加入约 6 g~7 g 氢氧化钠,在 600℃~700℃ 的高温下熔融 15 min~20 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,在电炉上适当加热,待熔块完全浸出后,取出坩埚,用水冲洗坩埚和盖,在搅拌下一次加入 20 mL~25 mL 盐酸溶液(1+1)和 10 滴硝酸溶液(1+1)。用硝酸溶液(1+9)洗净坩埚和盖,将溶液加热至沸腾,冷却,移入 250 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A,供测定氧化铝和氧化钙。

移取 20.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加入 EDTA 标准滴定溶液至过量 10 mL~15 mL,加水至约 100 mL,以下步骤按“4.1.2.10(2)”中“将溶液加热……滴定至亮紫色”进行。

4.1.4 分析结果的表述

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 W_1 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W_1 = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} (V_6 - k_1 V_7) \times 10^{-3}}{m_1 \times 20/250} \times 100 \quad (4)$$

式中:

- $T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化铝的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);
 V_6 ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_7 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 k_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积;
 m_1 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.1.5 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 0.35%。

4.2 可溶氧化铝含量的测定

4.2.1 方法提要

在 pH4.3 时使 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 EDTA 标准滴定溶液。

4.2.2 分析步骤

移取 10.00 mL 试液 B(见 4.4.4)于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。移取 10.00 mL 稀释液于 250 mL 锥形瓶中,加 2 mL 盐酸溶液(1+1)、10 mL 水、煮沸 1 min,取下,其余步骤同“4.1.2.10”。

4.2.3 分析结果的表述

可溶氧化铝的含量以质量分数 W_2 计,数值以%表示,按式(5)计算。

$$W_2 = \left[\frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} (V_8 - k_1 V_9) \times 10^{-3}}{10/250 \times 10/250} - 0.1 \times c_1 \right] \times 100 / m_2 \quad (5)$$

式中:

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——氧化铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_8 ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_9 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

k_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积;

0.1——加入氯化铝溶液体积的数值,单位为升(L);

c_1 ——氯化铝溶液浓度(以 Al_2O_3 计)的数值,单位为克每升(g/L);

m_2 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.2.4 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 0.35%。

4.3 氧化钙(CaO)含量的测定

4.3.1 方法提要

在酸性溶液中加入适量氟化钾,以抑制硅酸和硼的干扰,然后在 pH13 以上的强碱溶液中,以三乙醇胺为掩蔽剂,用 CMP 混合指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.3.2.2 氟化钾溶液:20 g/L。

将 20 g 氟化钾溶于水,用水稀释到 1 L,贮存于塑料瓶中。

4.3.2.3 三乙醇胺溶液:1+2。

4.3.2.4 钙黄绿素-甲基百里香酚兰-酚酞混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂):称取 1.000 g 钙黄绿素、1.000 g 甲基百里香酚兰、0.200 g 酚酞与 50 g 在 105℃ 烘干过的硝酸钾混合研磨,保存于磨口瓶中。

4.3.2.5 氢氧化钾溶液:200 g/L。

将 200 g 氢氧化钾(KOH)溶于水,稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

4.3.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加 5 mL 盐酸溶液及 7 mL 氟化钾溶液,搅拌并放置 2 min 以上,用水稀释至约 150 mL。加 10 mL 三乙醇胺溶液和适量的 CMP 混合指示剂,在搅拌下加氢氧化钾溶液至出现绿色荧光后再过量 7 mL~8 mL,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈红色。

4.3.4 分析结果表述

氧化钙(CaO)含量以质量分数 W_3 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$W_3 = \frac{T_{\text{CaO}} V_{10} \times 10^{-3}}{m_1 \times 25/250} \times 100 \quad (6)$$

式中:

T_{CaO} ——氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{10} ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——试料质量的数值,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 0.25%。

4.4 过滤时间的测定

4.4.1 方法提要

将试样放入氯化铝溶液中,沸腾回流反应 60 min,冷却过滤,测定过滤时间。

4.4.2 试剂和材料

氯化铝溶液(以 Al_2O_3 计):约 60 g/L。

配制:将 293 g 氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水,稀释至 1 000 mL。

标定:移取 10.00 mL 氯化铝溶液,置于 250 mL 容量瓶,加水至刻线,摇匀。移取 10.00 mL 此溶液于 250 mL 锥形瓶中。其余步骤同“4.1.2.10(2)”。

氯化铝溶液的浓度 c_1 (以 Al_2O_3 计, g/L)按式(7)计算:

$$c_1 = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3}(V_{11} - k_1 V_{12}) \times 10^{-3}}{\frac{10 \times 10}{250} \times 10^{-3}} \quad \text{..... (7)}$$

式中:

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化铝的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{11} ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

k_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数;

V_{12} ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 集热式磁力搅拌器:带四氟搅拌子。

4.4.3.2 真空吸引器:带真空表。

4.4.3.3 玻璃冷凝回流装置:带 250 mL 磨口三角烧瓶和球型磨口冷凝管。

4.4.3.4 玻璃抽滤装置:带 250 mL 抽滤瓶和直径 80 mm 布氏漏斗。

4.4.3.5 秒表:分度值 0.1 s。

4.4.4 分析步骤

称取 100 mL 氯化铝溶液,放入 250 mL 磨口三角烧瓶,放入四氟搅拌子,预热到 70℃。

称取试料(15.0 ± 1) g¹⁾[式(8)中 m_2],精确至 0.01 g,在快速搅拌下放入磨口三角烧瓶内,套上磨口球型冷凝管,加热回流反应,自沸腾开始计时,保持沸腾反应 60 min,取下,冷却至 80℃。

在布氏漏斗内垫上直径 70 mm 中速定量滤纸,在真空状态下倒入反应料液,调节并保持真空度至 $-0.035 \text{ MPa} \sim -0.040 \text{ MPa}$,用秒表测量过滤时间,至滤液抽干为止的时间,即为过滤时间。

用水洗涤磨口三角烧瓶,并用水洗洗涤滤渣,反复洗涤,每次用水不超过 20 mL。洗至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此为试液 B。

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 20 s。

4.5 酸不溶物含量的测定

4.5.1 仪器、设备

一般实验室用仪器。

电热恒温干燥箱。

4.5.2 分析步骤

1)称取试料的质量,根据试料的氧化钙含量而定,当氧化钙含量为 30%~33%时,称取 15 g;当氧化钙含量>33%时,称取 14 g;当氧化钙含量<30%时,称取 16 g。使滤液盐基度保持在 75%~85%范围,如滤液盐基度含量不在此范围,应调整试料质量数,重新作。

将 4.4.4 中滤纸连同滤渣于 100℃~105℃干燥至质量恒定。

4.5.3 分析结果的表述

酸不溶物的含量以质量分数 W_4 计,按式(8)计算:

$$W_4 = \frac{m - m_0}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m ——滤纸和滤渣质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——滤纸质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.5.4 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 1.0%。

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+99。

4.6.2.2 铅标准溶液:1 mL 含 0.1 mgPb。

4.6.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

电加热原子吸收光谱仪。

铅空心阴极灯。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 称取约 2.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加少量水浸湿后分别加入 10 mL 盐酸、5 mL 硝酸。加热至沸腾,并保持微沸 10 min。冷却,加水至约 50 mL,过滤,并用硝酸溶液洗涤沉淀。将滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 C。

4.6.4.2 分别移取 20.00 mL 试液 C,置于四个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准储备溶液,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 分析结果的表述

铅的含量以质量分数 W_5 计,按式(9)计算:

$$W_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_3 \times 20/100} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m ——试样中铅质量的数值,单位为毫克(mg);

m_3 ——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 0.000 2%。

4.7 铬[Cr(VI)]含量的测定

4.7.1 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。

4.7.2 试剂与材料

4.7.2.1 氨水溶液:1+1。

4.7.2.2 甲基红指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

4.7.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

原子吸收分光光度计。

铬空心阴极灯。

铬标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mgCr。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 试样的制备

称取约 2.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 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,摇匀。用快速定性滤纸过滤,滤液留作测定用。

4.7.4.2 工作曲线的绘制

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,摇匀。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,绘制标准曲线。

4.7.4.3 试样的测定

按标准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从标准曲线中求得相应的铬含量

4.7.5 分析结果的表述

铬的含量以质量分数 W_6 计,按式(10)计算:

$$W_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_4} \times 100 \quad (10)$$

式中:

m ——曲线中查得铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_4 ——试样质量的数值,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 0.000 1%。

4.8 砷含量的测定(砷斑法)

4.8.1 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。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 水、GB/T 6682,三级。

4.8.2.2 无砷锌粒。

4.8.2.3 碘化钾。

4.8.2.4 硫酸溶液:1+1。

4.8.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

4.8.2.6 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。

4.8.2.7 溴化汞试纸。

4.8.2.8 乙酸铅棉花。

4.8.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

定砷器:见 GB 610.1 图。

4.8.4 分析步骤

称取试样 1.00 g,精确至 0.01 g,置于定砷器的广口瓶中,加水至约 50 mL,使试料溶解。加入 4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾及 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。加入 3 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塞紧于广口瓶上,于暗处放置 1 h。溴化汞试纸所呈黄色不得深于标准色。

标准色斑的制备:用移液管移取 3 mL 砷标准溶液,置于定砷器的广口瓶中,与试料同时同样处理。

4.9 镉含量的测定

4.9.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度,求出镉含量。

4.9.2 试剂的材料

4.9.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.9.2.2 硝酸溶液:1+99。

4.9.2.3 镉标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mgCd。

称取 0.100 g 金属镉(99.9%以上),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

4.9.2.4 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mgCd。

移取 10.00 mL 镉标准溶液贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.9.3 仪器、设备

一般实验用仪器。

原子吸收光谱仪。

镉空心阴极灯。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 分别移取 0.00、0.50 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液于四个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含镉量为 0.00、0.005 mg、0.010 mg、0.015 mg,在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

4.9.4.2 称取约 2.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加少量水浸湿后分别加入 10 mL 盐酸、5 mL 硝酸。加热至沸并保持微沸 10 min。冷却,加水至约 30 mL,过滤,并用硝酸溶液(1+99)洗涤沉淀。将滤液和洗液收集于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度,从校准曲线中求得 Cd 含量。

4.9.5 分析结果的表述

镉含量以质量分数 W_9 计,数值以 % 表示,按式(11)计算:

$$W_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_5} \times 100 \quad (11)$$

式中:

m ——从校准曲线查出镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_5 ——试料质量的数值,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 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,每六个月至少进行一次型式检

验。其中氧化铝(以 Al_2O_3 计)、可溶氧化铝、过滤时间和酸不溶物等四项指标应逐批检验。

5.2 水处理剂用 铝酸钙应由生产厂的质量检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、净含量、批号和生产日期、产品符合本标准的证明和本标准编号。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收,验收时间为货到之日起一个月内。

5.4 每批产品不超过 120 t,每批产品为一个编号。

5.5 按 GB 12573《水泥取样方法》取样。每一编号取得的试料分为两等份,一份由检验部门按本标准进行检验,另一份密封保管两个月备查。

5.6 检验结果按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。检验项目如有一项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,该批产品为不合格。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理

6 标志、标签和包装

6.1 水处理剂用 铝酸钙的包装应符合 GB 9774《水泥包装袋》标准,每袋净质量 50 kg,且不得少于标志质量的 98%,随机抽取 20 袋的总质量不得少于 1 000 kg。

6.2 水处理剂用 铝酸钙包装袋上应有涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净含量、批号、侧面标志或生产日期、本标准号以及 GB 191 规定的“标志 6 怕雨”。

6.3 水处理剂用 铝酸钙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。

6.4 水处理剂用 铝酸钙应贮存在通风干燥的库房内,产品贮存期为 3 个月。