

ICS 71.060.50
G 12
备案号: 10939—2002

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3251—2002

工业结晶氯化铝

Crystal aluminum chloride for industrial use

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准是推荐性化工行业标准 HG/T 3251—1989《工业结晶氯化铝》修订而成。

本标准与 HG/T 3251—1989 的主要技术差异为：

——调整了主含量和铁含量指标。

——提高了批量，以适应产量的增加。

本标准实施之日起，同时代替 HG/T 3251—1989。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院、江苏海安县宏大发展有限公司。

本标准参加起草单位：浙江开化兴科化工有限公司、浙江温州天盛化工集团电化总厂。

本标准主要起草人：刘幽若、肖成焯、李存林、马永余。

本标准于 1989 年首次发布。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业结晶氯化铝

Crystal aluminum chloride for industrial use

HG/T 3251—2002

代替 HG/T 3251—1989

1 范围

本标准规定了工业结晶氯化铝的要求、试验方法、检验规则以及标志、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,造纸及木材防护等行业。

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

相对分子质量: 241.43(按 1999 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 603—1988 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 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗林分光光度法(neq ISO 6685 : 1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

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

3 要求

3.1 外观:工业结晶氯化铝为淡黄色晶体。

3.2 工业结晶氯化铝应符合表 1 要求。

表 1 要求 %

项 目	指 标	
	一 等 品	合 格 品
结晶氯化铝含量($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	\geq 95.5	92.5
铁(Fe)含量	\leq 0.025	0.20
水不溶物含量	\leq 0.10	0.10

4 试验方法

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 GB/T 6682 中规定的三级水。

中华人民共和国国家经济贸易委员会 2002-09-28 批准

2003-06-01 实施

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在沒有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

安全提示:试验中使用的试剂部分有腐蚀性,操作时须小心谨慎。如果溅到皮肤上,立即用大量水冲洗。严重者,立即治疗。

4.1 结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量的测定

4.1.1 方法提要

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)反应,生成络合物。在pH约为6时,以二甲酚橙为指示剂,用锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 乙酸钠溶液:2 mol/L。

4.1.2.2 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约0.025 mol/L。

4.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2)$ 约0.05 mol/L。

4.1.2.4 二甲酚橙指示液:2 g/L(使用期为10天)。

4.1.3 分析步骤

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。

用移液管移取10 mL上述试验溶液,置于300 mL锥形瓶中,用移液管加入20 mL EDTA标准滴定溶液,煮沸1 min,冷却至室温,加入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至浅粉红色即为终点。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 0.2414}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 - 4.323 X_2$$

$$= \frac{603.5(c_1 V_1 - c_2 V_2)}{m} - 4.323 X_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中: c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——移液管移取的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

c_2 ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——滴定试验溶液所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积, mL;

X_2 ——4.2中测出的铁(Fe)含量, %;

0.2414——与1.00 mL乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2) = 1.000$ mol/L]相当的以克表示的结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的质量;

4.323——铁(Fe)换算成结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的系数;

m ——试样的质量, 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0.3%。

4.2 铁含量的测定

4.2.1 方法提要

同GB/T 3049—1986中的第2章。

4.2.2 试剂和材料

同GB/T 3049—1986中的第3章。

4.2.3 仪器、设备

分光光度计:带有1 cm的比色皿。

4.2.4 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 的规定,使用 1 cm 吸收池及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.2.5 分析步骤

称取约 3~20 g 试样(精确至 0.01 g),置于 400 mL 烧杯中,加入 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液,加热煮沸 5 min,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液。

用移液管分别移取 10 mL 试验溶液和空白试验溶液,各置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—1986 中 5.4 的规定,从“必要时,加水至 60 mL……”开始,进行操作。

4.2.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m \times 1000 \times \frac{10}{500}} = \frac{5(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度,从工作曲线上查出的铁含量,mg;

m_2 ——根据测得的空白试验溶液吸光度,从工作曲线上查出的铁含量,mg;

m ——试样的质量,g。

4.2.7 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 0.01%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 方法提要

用水溶解试样,用玻璃砂坩埚过滤,残渣干燥后称量。

4.3.2 试剂和材料

硝酸银溶液:100 g/L。

4.3.3 仪器、设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5~15 μm 。

4.3.4 分析步骤

称取约 20 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,用已于 105~110°C 干燥至恒重的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。将抽干后的玻璃砂坩埚于 105~110°C 下干燥至恒重。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚的质量,g;

m_2 ——水不溶物与玻璃砂坩埚的质量,g;

m ——试样的质量,g。

4.3.6 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%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 50 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至四分之三料层深处,每袋中至少采取 100 g 样品。将所采的试样混匀,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清

洁、干燥的具塞广口瓶(或聚氯乙烯塑料袋)中,密封,瓶(或袋)上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶(或袋)作为试验室样品,另一瓶(或袋)保存一个月备查。

5.4 工业结晶氯化铝由生产厂的质量监督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的工业结晶氯化铝都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业结晶氯化铝进行验收,验收应在到货之日算起的一个月内进行。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 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、商标、等级、净含量、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕雨”标志。

6.2 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、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 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,针距均匀,不得跳线,漏线现象。每袋净含量 50 kg。

7.2 工业结晶氯化铝在运输过程中应防止雨淋、受潮,避免包装破损。

7.3 工业结晶氯化铝应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。