

ICS 71.100.80;13.060

G 77

备案号:13189—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3541—2003

代替 HG/T 3541—1990

水处理剂 结晶氯化铝

Water treatment chemical—Crystal aluminium chloride

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由化工行业标准 HG/T 3541—1990《水处理剂 结晶氯化铝》修订而成。

本标准与 HG/T 3541—1990 相比主要变化如下：

——增加了对生产原料的规定，只允许使用工业合成盐酸作为原料。

——增加了 Cd、Hg、Cr⁶⁺ 等指标。

本标准自实施之日起，同时代替 HG/T 3541—1990。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位：南票矿务局化工厂、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：宋占国、聂广宝、邵宏谦。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——ZBG77 001—1990，1999 年转化为 HG/T 3541—1990。

水处理剂

结晶氯化铝

1 范围

本标准规定了水处理剂 结晶氯化铝的技术要求、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 结晶氯化铝。该产品主要用于饮用水和工业水、废水及污水的处理,同时用于精密铸造行业。其中所用原料盐酸应采用工业合成盐酸。

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

相对分子质量: 241.43(按 2001 年国际相对原子质量)

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/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(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 ISO 6353-1:1982)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 610.2—1988 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

GB/T 6678—1986 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(neq ISO 3696:1987)

3 技术要求

3.1 外观:橙黄色或浅黄色晶体。

3.2 水处理剂 结晶氯化铝应符合表 1 要求。

表 1

名 称	指 标	
	一 等 品	合 格 品
结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量, %	≥ 95.0	88.5
铁(Fe)含量, %	≤ 0.10	1.1
不溶物含量, %	≤ 0.10	0.10
pH 值(1%水溶液)	≥ 2.5	2.5
砷(As)含量, %	≤ 0.000 5	0.000 5
铅(Pb)含量, %	≤ 0.002	0.002
镉(Cd)含量, %	≤ 0.000 5	0.000 5
汞(Hg)含量, %	≤ 0.000 01	0.000 01
六价铬(Cr^{+6})含量, %	≤ 0.000 5	0.000 5

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、试剂及制品,在设有注明其他规定时,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 结晶氯化铝含量的测定

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)络合。在 pH 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。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 水:GB/T 6682,三级。

4.1.2.2 乙酸钠溶液:272 g/L。

4.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

4.1.2.4 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.02 mol/L。

4.1.2.5 二甲酚橙溶液:2 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 3 g 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。

4.1.4 结果计算

结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_1/1\ 000)c_1 - (V_2/1\ 000)c_2]M}{m_0 \times 10/250} \times 100 - 4.323w_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,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);

w_2 ——按 4.2 测出的铁(Fe)含量的质量分数;

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——结晶氯化铝摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=241.43$);

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。

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

用抗坏血酸将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH2~9 时,二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物,在最大吸收波长(510 nm)处,用分光光度计测其吸光度。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 水:GB/T 6682,三级。

4.2.2.2 硫酸溶液:1+35。

4.2.2.3 盐酸溶液:1+1。

- 4.2.2.4 氨水溶液:1+3。
 4.2.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。
 4.2.2.6 抗坏血酸溶液:20 g/L。

称取 10.0 g 抗坏血酸溶于约 200 mL 水中,加入 0.20g 乙二胺四乙酸二钠及 8 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,备用,保存期为 15 d。

- 4.2.2.7 邻菲罗啉溶液:2 g/L。

溶解 0.5g 邻菲罗啉氯化物(一水合物)($C_{12}H_8ClN_2 \cdot H_2O$)于水中并稀释至 100 mL。或将 0.42 g 邻菲罗啉(一水合物)($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶于含有二滴盐酸的 100 mL 水中。此溶液储存在暗处,可稳定放置一周。

- 4.2.2.8 铁标准储备溶液:1mL 含有 0.100 mg Fe。

- 4.2.2.9 铁标准溶液:1 mL 含有 0.010 mg Fe,取铁标准储备溶液稀释 10 倍,只限当日使用。

4.2.3 仪器

一般实验室用仪器和

分光光度计:带有厚度为 0.5 cm 的吸收池。

4.2.4 校准曲线的绘制

分别取 0 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于七个 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,加 0.50 mL 硫酸溶液调 pH 接近 2,加 3.0 mL 抗坏血酸溶液,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。

4.2.5 分析步骤

4.2.5.1 试验溶液的制备

称取约 3 g 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。

4.2.5.2 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。

4.2.5.3 测定

用移液管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 接近 2,加 3.0 mL 抗坏血酸溶液,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。

4.2.6 结果计算

铁(Fe)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 (V/500)} \times 100 = \frac{50m_1}{m_0 V} \dots\dots\dots (2)$$

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)。

4.2.7 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 0.01%；合格品不大于 0.05%。

4.3 不溶物含量的测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 水；GB/T 6682，三级。

4.3.1.2 硝酸银溶液：10 g/L。

4.3.2 仪器

坩埚式过滤器；滤板孔径为 5 μm~15 μm。

4.3.3 分析步骤

称取约 10 g 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℃~110℃ 下干燥至恒量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℃~110℃ 下干燥至恒量。

4.3.4 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按式(3)计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——坩埚式过滤器质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——不溶物与坩埚式过滤器质量的数值，单位为克(g)；

m_0 ——试样质量的数值，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 pH 值的测定

4.4.1 仪器、设备

酸度计；分度值为 0.1pH 单位，配有玻璃电极和饱和甘汞电极。

4.4.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g 试样，置于 100 mL 烧杯中。加约 50 mL 不含二氧化碳的水溶解。全部移入 100 mL 容量瓶中，用不含二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。用酸度计测量 pH 值。

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 1.0g 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 砷标准储备溶液:1.00 mL含有0.1 mg As。

4.5.1.2.8 砷标准溶液:1.00mL含有0.001 mg As。

移取10.00 mL砷标准储备液于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

一般实验室用仪器和

4.5.1.3.1 分光光度计。

4.5.1.3.2 定砷器:符合GB/T 610.2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

在六个干燥的定砷瓶中,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 g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 结果计算

砷(As)含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100$$

$$= \frac{m}{m_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的砷含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量的数值,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 含有 0.1 mg As。

4.5.2.2.10 砷标准溶液:1 mL 含有 0.001 mg As。(配制方法同 4.5.1.2.8)

4.5.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

定砷器:同 GB/T 610.1 中 5.2 规定。

4.5.2.4 分析步骤

移取 10.00 mL 试液 A(4.5.1.4.2),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,摇匀,加 2.5 g 无砷锌粒,立即按 GB/T 610.1 中图装好装置,于暗处在 25℃~30℃ 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 含有 0.1 mg Pb。

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 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

4.6.2.3 铅标准溶液:1 mL 含有 0.001 mg Pb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

4.6.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μ L~500 μ L 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 g 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,盖上面皿煮沸约 1 min。冷至室温后转移至 1 000 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,置于四个 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 结果计算

铅(Pb)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_0 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1\,000} \times 100$$

$$= \frac{20\,m}{m_0} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m ——所测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 0.000 2 %。

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 镉标准储备液:1 mL 含有 0.1 mg Cd。

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 含有 0.000 1 mgCd。

移取 10.00 mL 镉标准储备液放入 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

一般实验室用仪器和

4.7.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μ L~500 μ L 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(4.6.4.1),置于四个 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 结果计算

镉(Cd)含量以质量分数 w_0 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_0 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1\,000} \times 100$$

$$= \frac{20\,m}{m_0} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m ——所测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 0.000 05%。

4.8 汞含量的测定

4.8.1 分光光度法

4.8.1.1 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,在硫酸酸性溶液中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。

4.8.1.2 试剂和材料

4.8.1.2.1 硫酸溶液:1+1。

4.8.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

4.8.1.2.3 硝酸。

4.8.1.2.4 醋酸溶液:1+2。

4.8.1.2.5 氨水溶液:1+2。

4.8.1.2.6 氨水溶液:1+3。

4.8.1.2.7 氨性洗液:取氨水 1 mL,加水稀释到 100 mL,加 EDTA 溶液 5 mL。

4.8.1.2.8 高锰酸钾

4.8.1.2.9 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。

4.8.1.2.10 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。

4.8.1.2.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)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。

4.8.1.2.12 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℃ 的馏分。

4.8.1.2.13 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。

4.8.1.2.14 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。

4.8.1.2.15 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。

4.8.1.2.16 酚红的乙醇溶液:1 g/L。

称取酚红 0.1 g,溶于 95% 乙醇 20 mL 中,用水稀释成 100 mL。

4.8.1.2.17 汞标准贮备液:1 mL 含有 0.1 mgHg。

4.8.1.2.18 汞标准溶液:1 mL 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。

4.8.1.3 仪器、设备

4.8.1.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

- 4.8.1.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL 圆底磨口烧瓶,冷凝管长 30 cm 以上。
- 4.8.1.3.3 玻璃珠:直径(d)为 2 mm~4 mm。
- 4.8.1.3.4 分光光度计。
- 4.8.1.4 分析步骤
- 4.8.1.4.1 称取试样约 10 g(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。
- 4.8.1.4.2 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℃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。
- 4.8.1.4.3 煮沸 1 h 后放冷到液温约 40℃,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。
- 4.8.1.4.4 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。
- 4.8.1.4.5 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。
- 4.8.1.4.6 给四氯化碳层加水 20 mL,通过振摇 30s 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。
- 4.8.1.4.7 给四氯化碳层加盐酸溶液 10 mL,振摇 30s,静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗,保留水层。
- 4.8.1.4.8 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。
- 4.8.1.4.9 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(1+2)氨水溶液 10 mL。
- 4.8.1.4.10 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,将四氯化碳层移入 50 mL 分液漏斗,弃去水层
- 4.8.1.4.11 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。
- 4.8.1.4.12 将四氯化碳层注入 10 mm 吸收池,以试剂空白为参比测在波长 490 nm 处的吸光度。
- 4.8.1.4.13 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 10 mL。然后按照 4.8.1.4.10~4.8.1.4.12 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。
- 4.8.1.5 结果计算

汞(Hg)含量以质量分数 w 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.8.1.6 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 0.000 005%。

4.8.2 冷原子吸收法

4.8.2.1 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。

4.8.2.2 试剂和材料

4.8.2.2.1 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。

4.8.2.2.2 硫酸（优级纯）溶液：1+71。

4.8.2.2.3 盐酸（优级纯）溶液：1+11。

4.8.2.2.4 高锰酸钾（优级纯）溶液：10 g/L。

4.8.2.2.5 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

4.8.2.2.6 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。

4.8.2.2.7 汞标准贮备液：1 mL 含有 0.1 mgHg。

4.8.2.2.8 汞标准溶液：1 mL 含有 0.001 mgHg。（配制方法同 4.8.1.2.18）

4.8.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

4.8.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

4.8.2.3.2 汞空心阴极灯。

4.8.2.4 分析步骤

4.8.2.4.1 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（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

4.8.2.4.2 测定

移取 10 mL 由测定砷得到的试液 A（4.5.1.4.2）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。

4.8.2.5 结果计算

汞（Hg）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）。

4.8.2.6 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 0.000 002 %。

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

一般实验室用仪器和

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 铬标准溶液：1 mL 含有 0.1 mgCr。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 试样的制备

称取约 1 g 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。用快速定性滤纸于过滤，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/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L，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，测定滤液（4.9.4.1）的吸光度，从校准曲线中求得相应的铬含量。

4.9.5 结果计算

铬 (G_1^{+6}) 含量以质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按式 (9) 计算：

$$w_3 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 / 100} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m ——从校准曲线上查得的铬质量的数值，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型式检验项目，在正常生产情况下，六个月至少进行一次型式检验，其中结晶氯化铝含量、铁含量、不溶物含量、pH 值等四项指标项目应逐批检验。

5.2 水处理剂 结晶氯化铝应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水处理剂 结晶氯化铝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，内容包括生产厂名称、产品名称、等级、批号、净含量、生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的水处理剂 结晶氯化铝进行验收。验收应在货到之日算起的 15 天之内进行。

5.4 每批产品应不超过 30 t。

5.5 按 GB/T 6678 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的四分之三处采样。将所取的样品混匀，按四分法缩分至约 500 g，分装于两个清洁、干燥、带磨

口塞的广口瓶中,密封。瓶上贴标签,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。一瓶用于检验,另一瓶保存一个月备查。

5.6 如检验结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中取样核验。核验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,整批产品不能验收。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6 标志、标签和包装

6.1 包装袋上应有牢固清晰的标志,注明生产厂名称、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、商标和本标准编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨标志”。

6.2 水处理剂 结晶氯化铝采用复合塑料编织袋或内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋包装。内袋扎口或热合,外袋应牢固缝合。每袋净重 40 kg。

6.3 本品易潮解,贮运时要防雨、防潮,保持包装完整。禁止与有毒有害物混贮共运。
