

HG/T 2677—95

工业聚合氯化铝

1995-04-05 发布 1996-01-01 实施

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2677—95

工业聚合氯化铝

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业聚合氯化铝的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。本标准适用于工业聚合氯化铝。该产品主要用于工业水处理以及造纸施胶、精密铸造、石油、化工、染料等行业。

分子式: [Al2 (OH)nCl6-n]m

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析 (容量分析) 用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲啰啉分光光度法

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6678 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

GB 8946 塑料编织袋

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

3 技术要求

- 3.1 外观:液体产品为无色或淡黄褐色液体;固体产品为黄色或灰色片状、粒状或粉末状固体。
- 3.2 工业聚合氯化铝应符合下表要求。

表

			指标					
项 目			液体			固 体		
			优等品	一等品	合格品	一等品	合格品	
氧化铝 (Al ₂ O ₃) 含量,%		≥	10.0~11.0			28. 0	27. 0	
密度 (20℃), g/cm³		>	1. 19			_	_	
盐基度,%		45~60			45~80			
pH 值 (10 g/L 溶液)		3. 5~5. 0			3.5~5.0			

		指标								
项 目		液体			固 体					
		优等品	一等品	合格品	一等品	合格品				
硫酸盐 (以 SO₄ 计) 含量,% ≤		3.5			9. 0					
铁 (Fe) 含量,%	€	0.01	_	_	_	_				
酸不溶物含量,%	€	0. 2	0.5	1.0	2. 0	3. 0				

注:"用户对氧化铝含量及盐基度另有要求,可另行协议"。

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂和GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其它要求时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/603 之规定制备。

4.1 氧化铝含量的测定

4.1.1 方法提要

在试样中加入硝酸以及已知量的过量 **EDTA** 标准滴定溶液,将铝全部络合后,在 **pH** 约为 6 时,以二甲酚橙为指示剂,用锌标准溶液返滴定。

- 4.1.2 试剂和材料
- 4.1.2.1 硝酸 (GB/T 626) 溶液: 1+12;
- 4.1.2.2 乙二胺四乙酸二钠 (GB/T 1401) 标准滴定溶液: c (EDTA) 约 0.048~0.049 mol/L;
- **4.** 1. 2. 3 锌标准滴定溶液: c (Zn) 约 0. 02 mol/L。称取 1. 628 g 于 800℃灼烧至恒重的基准氧化锌 (GB 1260) (精确至 0. 000 2 g),用少量水湿润,加 1+1 盐酸 (GB/T 622)溶液至全部溶解。移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度;
- 4.1.2.4 乙酸钠 (GB/T 693) 溶液: 272 g/L;
- 4.1.2.5 二甲酚橙指示液: 1g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 10 g (液体) 或约 4 g (固体) 试样 (精确至 0.001 g),加水溶解后全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 20 mL 此试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中。加 2 mL 硝酸溶液,煮沸 1 min。冷却后,用移液管加 20 mL EDTA 标准滴定溶液。用乙酸钠溶液调节 pH 值约为 3 (用 pH 试纸检验),煮沸约 2 min。冷却后,加约 10 mL 乙酸钠溶液和 2~5 滴二甲酚橙指示液。用锌标准滴定溶液滴定,溶液颜色从淡黄色变为微红色即为终点。

另取 250 mL 锥形瓶,加约 20 mL 水,从"加 2 mL 硝酸···"开始如上步骤操作进行空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铝 (Al_2O_3) 含量 (X_1) 按式 (1) 计算:

$$X_{1} = \frac{0.051\ 0 \times (V_{0} - V_{1})\ c}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 - (X_{4} \times 0.913) \dots (1)$$

式中 $_{\bullet}V_{0}$ ——空白试验所消耗的锌标准滴定溶液的体积 $_{\bullet}$ mL;

 V_1 ——试验溶液所消耗的锌标准滴定溶液的体积, mL_i

c—— 锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m —— 试料质量, g;

 X_4 —4.6条测定的铁含量;

- 0.051 0——与 1.00 mL 锌标准滴定溶液〔c (Zn) = 1.000 mol/L〕相当的以克表示氧化铝 (Al_2O_3) 的质量;
 - 0.913——铁换算成氧化铝的系数。
- 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 液体聚合氯化铝密度的测定

按 GB/T 4472 规定的密度计法测定。

- 4.3 盐基度的测定
- 4.3.1 方法提要

将试样用盐酸煮沸分解后,用氟化钾掩蔽,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

- 4.3.2 试剂和材料
- 4.3.2.1 氟化钾 (GB/T 1271) 溶液: 500 g/L;
- 4. 3. 2. 2 盐酸 (GB/T 622) 标准滴定溶液; c (HCl) 约 0. 5 mol/L;
- 4. 3. 2. 3 氧氧化钠 (GB/T 629) 标准滴定溶液; c (NaOH) 约 0. 5 mol/L;
- 4.3.2.4 酚酞 (GB/T 10729) 指示液: 10g/L。
- 4.3.3 分析步骤

称取约 2 g (液体) 或约 0.6 g (固体) 试样 (精确至 0.001 g), 置于 250 mL 锥形瓶中,加入约 25 mL 水,用移液管移取 25 mL 盐酸标准滴定溶液,加入到锥形瓶中,用表面皿盖好,在水浴上加热 10 min,冷却到室温。加 25 mL 氟化钾溶液,5 滴酚酞指示液,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,溶液变为微红色即为终点。

另用 250 mL 锥形瓶,加 25 mL 水,进行空白试验。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的盐基度 (X_2) 按式 (2) 计算:

$$X_{2} = \frac{(V_{0} - V) \times c \times 0.016 99}{\frac{m \cdot X_{1}}{100}} \times 100$$

$$= \frac{169.9 (V_{0} - V) c}{m \cdot X_{1}}$$
 (2)

式中 $_{\bullet}V_{0}$ ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积 $_{\bullet}$ mL;

V——试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m——试料质量, g;

 X_1 ——4.1 条测定的氧化铝含量,%;

0. 016 99——与 1. 00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 〔 **(NaOH)** =1. 000 mol **/** L 〕相当的以克表示的氧化铝 **(Al₂O₃)** 的质量。

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1%。

- 4.4 pH 值的测定
- **4.4.1** 方法提要

同 GB/T 9724。

4.4.2 分析步骤

称取 1.0 g 试样,移入 $100 \, \text{mL}$ 容量瓶,用水稀释至刻度。所配制的溶液的 pH 值按 GB/T 9724 测定。

- 4.5 硫酸盐含量的测定
- 4.5.1 方法提要

试样加盐酸溶液加热分解,过滤后加氯化钡溶液使之与硫酸根生成沉淀,过滤、洗涤、烘干、灼烧、称量。

- 4.5.2 试剂和材料
- 4.5.2.1 盐酸 (GB/T 622) 溶液: 1+1;
- 4. 5. 2. 2 氯化钡 (BaCl₂ · 2H₂O) (GB/T 652) 溶液, 50 g/L;
- 4.5.2.3 硝酸银 (GB/T 670) 溶液: 17 g/L。
- 4.5.3 分析步骤

称取约 5 g (液体) 或约 2 g (固体) 试样 (精确至 0.01 g), 放入 250 mL 烧杯中,加入 8 mL 盐酸溶液、加 100 mL 水,加热微沸 10 min,趁热用中速滤纸过滤于 400 mL 烧杯中,用水洗涤至滤液约 200 mL,将滤液加热至沸腾,趁热搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液,水浴 (90 ℃以上) 保温 2 h。以慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤至滤液无氯离子 (用硝酸银溶液检验),将滤纸和沉淀放入已于 800±25℃恒重的坩埚中烘干、灰化后放入高温炉内,在 800±25℃下灼烧至恒重。

4.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐(以 SO_4 计)含量(X_3)按下式计算:

式中: m_1 ——坩埚质量,g;

 m_2 — 硫酸钡沉淀和坩埚质量, g;

m——试料质量, g;

- 0.412——硫酸钡沉淀换算成硫酸根 (SO₄) 的系数。
- 4.5.5 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%。

- 4.6 铁含量的测定
- 4.6.1 方法提要

同 GB/T 3049 第 2 条。

4.6.2 试剂和材料

同GB/T 3049 第3条。

4.6.3 仪器、设备

同 GB/T 3049 第 4 条。

- 4.6.4 分析步骤
- 4.6.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 第 5.3 条规定,根据样品含铁量选择吸收池及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.6.4.2 试验溶液的制备

称取约 10 g(液体) 或约 3 g(固体) 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL (1+1) 盐酸和适量水加热溶解后全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,用移液管移取一定体积的滤液,置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 60 mL。

4.6.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其它操作同4.6.4.2条。

4.6.4.4 测定

按 GB/T 3049 第 5.4 条的规定,从"必要时加水至约 60 mL"开始进行操作。

4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁 (Fe) 含量 (X_4) 按式 (4) 计算:

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-8}}{\frac{m \cdot V}{500}} \times 100 \quad \dots \tag{4}$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁量,mg;

 m_0 ——根据测得的试剂空白溶液吸光度从工作曲线上查得的铁量,mg;

m——试料质量, g;

V — 移取试验溶液的体积, mL。

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 0.002%。

4.7 酸不溶物含量的测定

- 4.7.1 试剂和材料
- 4.7.1.1 盐酸 (GB/T 622) 溶液: 1+1。
- 4.7.1.2 硝酸银 (GB/T 670) 溶液: 17g/L。
- 4.7.2 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径5~15 μm。

4.7.3 分析步骤

称取约 5g 试样 (精确至 0.01g),置于 250 mL 烧杯中,加入 200 mL 水、15 mL 盐酸,加热沸腾 10 min,使试样溶解,放置 1 h。用已于 $105\sim110$ 个干燥至恒重的坩埚式过滤器抽滤,用热水洗涤至滤液无氯离子 (用硝酸银溶液检验),将坩埚式过滤器于 $105\sim110$ 个干燥至恒重。

4.7.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的酸不溶物含量 (X_6) 按下式计算:

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots (5)$$

式中: m_1 ——坩埚式过滤器质量,g;

 m_2 ——坩埚式过滤器和不溶物质量, g;

m——试料质量, g。

4.7.5 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 0.05%。

5 检验规则

5.1 工业聚合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

出厂的工业聚合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、厂址、产品名称、净重、等级、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

- 5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业聚合氯化铝进行验收。
- 5.3 每批产品不超过 20 t。
- 5.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。

对固体产品,采样时,将采样器自包装件的中心垂直插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀后,按四分法缩分至约500g,分装于两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,密封。

对液体产品,用玻璃采样管从每桶或槽车的上、中、下三个部位采样,共取出不少于 500 mL 试样, 置于清洁干燥的容器中,混合均匀后分装于两个聚乙烯瓶中,密封。

瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

- **5.5** 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍量的包装中采样核验,核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品不能验收。
- 5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。
- 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、包装、运输、贮存
- **6.1** 工业聚合氯化铝包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、净重、等级、批号或生产日期和本标准编号。
- 6.2 工业聚合氯化铝固体产品采用双层包装。内袋为聚乙烯薄膜袋,袋厚不小于 0.1 mm。外袋采用塑料编织袋(按 GB 8946 的规定选择相应型号)。对每批包装材料都应抽样检验,其性能和检验方法应符合 GB 8946 的规定。每袋净重为 25 kg、40 kg 或 50 kg。

液体产品采用塑料桶或玻璃钢槽车贮运。每桶净重为 25 kg、40 kg 或 50 kg。

- 6.3 包装内袋采用两道扎口或热合封口,保证封口严密,外袋采用缝包机缝口,针距不大于10 mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。包装桶盖应使用耐酸碱的弹性垫圈并牢固密封。
- 6.4 工业聚合氯化铝产品在运输过程中应保持包装完好,防止漏损,防止受热受潮。
- 6.5 工业聚合氯化铝产品应贮存在阴凉、通风、干燥的仓库内。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部天津化工研究院归口,

本标准由化工部天津化工研究院、辽宁锦西南票化工厂、四川成都蜀蓉净水剂厂、河北黄骅化学工业信发股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人黄家栩、范国强、王凤林、罗全、王保中。

本标准非等效采用日本工业标准 JIS K 1457—78 (84)《供水系统用聚合氯化铝》。