

ICS 71. 100. 99

G 77

备案号: 15007—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2227—2004

代替 HG 2227—1991

水处理剂 硫酸铝

Water treatment chemicals-aluminum sulfate

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 I 类产品的技术指标为强制性的, II 类产品指标和其他条文为推荐性的。

本标准是非等效采用日本工业标准 JIS K 1450 : 1996《饮用水用 硫酸铝》对强制性化工行业标准 HG 2227—1991《水处理剂 硫酸铝》修订而成。

本标准与 JIS K 1450 : 1996《饮用水用 硫酸铝》主要技术差异为:

- 本标准将硫酸铝产品分为饮用水和工业用水、污水用两类;
- 重金属的检验方法有变动。

本标准与 HG 2227—1991 相比主要技术差异为:

- 取消了原固体产品的分等、分级;
- 将硫酸铝产品分为 I 类、II 类;
- I 类产品增加了 Hg、Cr(VI)、Cd 指标。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2227—1991。

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:天津化工研究设计院、河南佰利联化学股份有限公司、昆明明珠化工有限责任公司、太仓市新星轻工助剂厂。

本标准主要起草人:朱传俊、杨民乐、邵宏谦、吴少峰、陶福棠、李琳、白莹。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准于 1991 年首次发布。

水处理剂 硫酸铝

1 范围

本标准规定了水处理剂 硫酸铝的技术要求、分类、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 硫酸铝(固体、溶液)。该产品主要用于饮用水及工业用水、废水和污水处理,其中用于饮用水的原料硫酸应采用工业硫酸。

分子式: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量[以 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 计]: 342.15(按 2000 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—2000 包装储运图示标志

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 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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

3 产品分类

水处理剂 硫酸铝按用途分为两类:

I类: 饮用水用。

II类: 工业用水、废水和污水用。

4 技术要求

4.1 外观: 固体产品为白色、淡绿色或淡黄色片状或块状。液体产品为无色透明至淡绿或淡黄色。

4.2 水处理剂 硫酸铝应符合表 1 要求。

表 1

指 标 项 目	指 标				
	I 类		II 类		
	固体	液体	固体	液体	
氧化铝(Al_2O_3)的质量分数, %	\geq	15.6	7.8	15.6	7.8
pH 值(1%水溶液)	\geq	3.0	3.0	3.0	3.0
不溶物的质量分数, %	\leq	0.15	0.15	0.15	0.15
铁(Fe)的质量分数, %	\leq	0.50	0.25	0.50	0.25
铅(Pb)的质量分数, %	\leq	0.001	0.0005	—	—
砷(As)的质量分数, %	\leq	0.0004	0.0002	—	—
汞(Hg)的质量分数, %	\leq	0.00002	0.00001	—	—
铬[Cr(VI)]的质量分数, %	\leq	0.001	0.0005	—	—
镉(Cd)的质量分数, %	\leq	0.0002	0.0001	—	—

5 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。

5.1 氧化铝含量的测定

5.1.1 方法提要

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠溶液反应,生成络合物。在 pH 值约为 6 时,用二甲酚橙为指示剂,以锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠溶液。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.1.2.3 乙酸钠溶液:272 g/L。

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

5.1.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.1.2.6 二甲酚橙溶液:2 g/L。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 固体试样或 10 g 液体试样,精确至 0.0002 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液加热溶解并煮沸 5 min(必要时过滤),冷却后全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为试液 A,供氧化铝和铁含量的测定。

5.1.3.2 空白试验溶液的制备

在 250 mL 烧杯中加入 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液,加热并煮沸 5 min。冷却后全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.1.3.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A, 置于 250 mL 锥形瓶中, 用移液管加入 20 mL EDTA 溶液, 煮沸 1 min。冷却后加入 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。同时做空白试验。

5.1.4 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(1)计算:

$$W_1 = \frac{(V_0 - V)cM}{1000 \times m \times 20/500} \times 100 - 0.9128W_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白时消耗氯化锌标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V ——滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——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 ——氧化铝摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Al}_2\text{O}_3) = 50.98$];

0.9128——铁(Fe)换算成氧化铝(Al_2O_3)的系数;

W_2 ——5.2条测出的铁(Fe)的质量分数, 单位为百分数(%);

m ——试料的质量的数值, 单位为克(g)。

5.1.5 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 0.15%。

5.2 铁含量的测定

5.2.1 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~pH9 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。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 水, GB/T 6682, 三级。

5.2.2.2 硫酸溶液: 1+35。

5.2.2.3 盐酸溶液: 1+1。

5.2.2.4 氨水溶液: 1+3。

5.2.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: pH=4.5。

5.2.2.6 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 0.20 g 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。

5.2.2.7 邻菲罗啉溶液: 2 g/L。

溶解 0.5 g 盐酸邻菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)于水中并稀释至 100 mL。

或将 0.42 g 邻菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)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。

5.2.2.8 铁标准贮备溶液: 1 mL 含有 0.1 mgFe。

5.2.2.9 铁标准溶液: 1 mL 含有 0.01 mgFe。

移取 10 mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度, 此溶液现用现配。

5.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

分光光度计: 带有光程为 3 cm 的吸收池。

5.2.4 校准曲线的绘制

分别取 0(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于六个 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。

5.2.5 分析步骤

移取适量体积(如 2 mL)的试液 A 和对应体积的空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,用硫酸溶液或氨水溶液调 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。

5.2.6 结果的表述

铁(Fe)含量以质量分数 W_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{mV/500} \times 100 = \frac{50(m_1 - m_0)}{mV} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试验溶液的吸光度,从校准曲线上查出的铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测定的空白试验溶液的吸光度,从校准曲线上查出的铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.2.7 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不大于 0.03%。

5.3 水不溶物含量的测定

5.3.1 方法提要

用水溶解试样,用坩埚式过滤器过滤,残渣干燥后称量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.3.2.2 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L。

5.3.3 仪器、设备

坩埚式过滤器;滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

5.3.4 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,加热溶解。趁热用已于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的坩埚式过滤器过滤,用热水洗涤至无硫酸根离子为止(用氯化钡溶液检验)。于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.3.5 结果的表述

水不溶物含量以质量分数 W_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——坩埚式过滤器连同水不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.3.6 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 0.02%。

5.4 pH 值的测定

5.4.1 方法提要

试样溶于水,用配有玻璃测量电极和甘汞参比电极的酸度计测量试验溶液的 pH 值。

5.4.2 仪器、设备

酸度计:分度值 0.02pH 单位,配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极或复合电极。

5.4.3 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,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。将试样溶液倒入烧杯中,在已定位的用酸度计上测其 pH 值。

5.4.4 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 0.02pH 单位。

5.5 砷含量的测定

5.5.1 方法提要

在酸性介质中,金属锌将砷化物还原为砷化氢。砷化氢在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准砷斑进行比较。

5.5.2 试剂与材料

5.5.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.5.2.2 盐酸。

5.5.2.3 碘化钾。

5.5.2.4 无砷锌。

5.5.2.5 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.5.2.6 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mgAs。

按 GB/T 602 配制后,用移液管移取 1.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。限当日使用。

5.5.2.7 乙酸铅棉花。

5.5.2.8 溴化汞试纸。

5.5.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

定砷器:用 GB/T 610.1 中 5.2 规定。

5.5.4 分析步骤

称取(5±0.01)g 固体试样或(10±0.01)g 液体试样,溶解后,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 20 mL 试验溶液,置于广口瓶中,加 5 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 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装上并塞紧。在 25℃~30℃ 下于暗处放置 1 h。取出溴化汞试纸,其颜色不得深于标准。

标准是:用移液管移取 4 mL 砷标准溶液,加水至 20 mL,与试验溶液同时同样处理。

5.6 铅含量的测定

5.6.1 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。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.6.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.6.2.3 铅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mgPb。

称取 0.100 g 铅(质量分数为 99.9%以上),精确至 0.0002 g,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。

5.6.2.4 铅标准溶液:1.00 mL 含 0.01 mgPb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液于 1000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.3 仪器、设备

一般实验室仪器。

电加热原子吸收光谱仪。

铅空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 称取约 10 g 液体试样或 5 g 固体试样,精确至 0.0002 g。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。

5.6.4.2 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、1.00 mL、2.00 mL、3.00 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。

5.6.5 分析结果的表述

铅的含量以质量分数 W_4 计,按式(4)计算:

$$W_4 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1000} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——试样中铅质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.6.6 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%。

5.7 汞含量的测定

5.7.1 方法提要

将试样中的无机汞和有机汞采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。在萃取液中加盐酸进行反萃取。然后将水层调节为 pH4.8~pH5.5,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。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.7.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.3 硝酸。

5.7.2.4 乙酸溶液:1+2。

5.7.2.5 氨水溶液:1+2。

5.7.2.6 氨水溶液:1+3。

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

5.7.2.8 高锰酸钾。

5.7.2.9 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

取盐酸羟胺 20 g,用水溶解成为 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。

5.7.2.10 尿素溶液:200 g/L。

取尿素 20 g,用水溶解成为 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。

5.7.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液:38 g/L。

取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g,用水溶解成为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。

5.7.2.12 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。重复操作到硫酸层已不带色为止。然后水洗,加块状氧化钙摇混,仍旧连带着块状氧化钙进行蒸馏,取77℃的馏分。

5.7.2.13 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。

5.7.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液:0.05 g/L。

准确量取双硫脲四氯化碳贮备溶液100.00 mL,注入200 mL容量瓶,加精制四氯化碳至刻度。

5.7.2.15 双硫脲四氯化碳溶液:0.005 g/L。

准确量取双硫脲四氯化碳浓溶液50 mL,注入500 mL容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

5.7.2.16 酚红的乙醇溶液:1g/L。

取酚红0.1 g,溶于20 mL 95%乙醇中,用水稀释成100 mL。

5.7.2.17 汞标准贮备液:1 mL溶液含有0.1 mgHg。

5.7.2.18 汞标准溶液:1 mL溶液含有0.001 mgHg。

准确移取汞标准贮备液10.00 mL,移入1000 mL容量瓶中,稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.7.3 仪器、设备

5.7.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1000 mL。

5.7.3.2 回流冷凝装置:1000 mL圆底磨口烧瓶,冷凝管长30 cm以上。

5.7.3.3 玻璃珠: $d=2\text{ mm}\sim 4\text{ mm}$ 。

5.7.3.4 分光光度计。

5.7.4 分析步骤

(1)称取液体试样约10 g,固体试样约5 g,精确到0.01 g,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。

(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以上不退色为止。

(3)煮沸1 h后放冷到液温约40℃,取下烧瓶,摇混着溶液,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,边冷却边加氨水溶液,直到溶液颜色变红为止。

(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1000 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。

(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。

(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。

(7)给四氯化碳层加盐酸溶液10 mL,振摇30 s钟,静置后将四氯化碳层移入另一100 mL分液漏斗,保留水层。

(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。

(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。

(10)使用溴甲酚绿 pH 试纸,小心滴加氨水溶液(1+3)调节至 pH4.8~pH5.5,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。

(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。

(12)将四氯化碳注入 10 mm 吸收池,测在波长 490 nm 处的吸光度。

(13)标准曲线的绘制:依次移取汞标准溶液 0.50 mL~3.0 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 和氨水(1+2)10 mL。然后按照(10)~(12)同样操作,找出汞的量与吸光度的关系,绘制标准曲线。同时做空白试验。

5.7.5 结果的表述

汞含量以质量分数 W_s 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$W_s = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m ——从标准曲线查出的汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.7.6 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 0.000005%。

5.8 铬[Cr(VI)]含量的测定

5.8.1 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。

5.8.2 试剂与材料

5.8.2.1 氨水溶液:1+1。

5.8.2.2 甲基红指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

5.8.3 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。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 试样的制备

称取约 10 g 液体试样或 5 g 固体试样,精确至 0.0002 g,置于 250 mL 烧杯中,加水 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。用快速定性滤纸干过滤,滤液留作测定用。

5.8.4.2 校准曲线的绘制

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,绘制校准曲线。

5.8.4.3 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。

5.8.5 分析结果的表述

铬含量以质量分数 W_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$W_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的铬质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.8.6 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 0.0001%。

5.9 镉含量的测定

5.9.1 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。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.9.2.2 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 0.0002 g,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 1000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

5.9.2.3 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mgCd。

移取 10.00 mL 镉标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

原子吸收光谱仪。

镉空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 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、0.05 mg、0.10 mg、0.15 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。

5.9.4.2 移取 5.00 mL 试液 B 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。

5.9.5 分析结果的表述

镉含量以质量分数 W_7 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$W_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.9.6 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 0.00005%。

6 检验规则

6.1 本标准规定的全部指标为型式检验项目,在正常生产情况下,三个月至少进行一次型式检验。其

中氧化铝、不溶物、pH、铁等项目应逐批检验。

6.2 每批产品不超过 150 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。固体产品采样时,先去掉包装袋上层约 30 cm 厚的料层,用采样工具从每袋中间抽取不少于 100 g 样品,将采出的样品迅速破碎至约 10 mm 以下,混匀,按四分法缩分至不少于 500 g;液体产品按 GB/T 6680 的规定采样,从贮槽、船舱、槽车的顶部进口插入液层的上、中、下三部分或从出料口分前、中、后三段采取 500 mL 以上样品,混合均匀。

6.4 水处理剂 硫酸铝应由生产厂的质量检验部门按照本标准规定的试验方法和检验规则对产品质量进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 每批出厂的产品都应附有质量说明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、类别、批号、生产日期、净含量、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.6 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行质量检验,核实其质量是否符合本标准的要求。

6.7 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。如果检验结果中有一项不符合本标准要求时,应加倍抽取样品重新检验,核验结果有一项不符合本标准要求时,该批产品为不合格。

6.8 当供需双方因产品质量发生异议时,可按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、标签和包装

7.1 水处理剂 硫酸铝的包装上应附有产品合格证书,其内容包括:产品名称、生产厂名称、指标、类别、批号、净含量、生产日期及本标准编号。

7.2 水处理剂 硫酸铝包装袋上应有牢固清晰的标志,注明:生产厂名称、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、商标和本标准编号以及 GB 191 规定的“怕雨”标志。

7.3 水处理剂 硫酸铝固体产品,采用内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋或复合塑料编织袋包装,每袋净含量 50 kg 或以顾客要求而定。水处理剂 硫酸铝液体产品用玻璃钢槽车或塑料桶(净含量为 25 kg、50 kg)包装。

7.4 水处理剂 硫酸铝在运输过程中应防止雨淋、受潮,并避免有毒物品的污染。

7.5 水处理剂 硫酸铝应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。