

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27335—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2677—2009
代替 HG/T 2677—1995

工业聚氯化铝

Poly aluminium chloride for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准代替 HG/T 2677—1995《工业聚合氯化铝》。

本标准与 HG/T 2677—1995《工业聚合氯化铝》的主要技术差异如下：

- 本次修订根据产品用途将工业聚氯化铝分为两类(本版的 4)。
- 将原标准中酸不溶物含量的指标项目及试验方法修改为不溶物含量的指标项目及试验方法(1995 年版的 3.2,本版的 5.2)。
- 各项指标参数相应调整(1995 年版的 3.2,本版的 5.2)。
- 本次修订增加了采用硫酸铜返滴定法测定氧化铝含量的试验方法(本版的 6.4.2)。
- 原标准中的硫酸盐含量的测定采用的是重量法,本次修订由于硫酸盐含量降低,所以采用滴定法测定硫酸盐含量(1995 年版的 4.5,本版的 6.9)。

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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准负责起草单位:深圳市中润水工业技术发展有限公司、焦作市爱尔福克化工有限公司、太仓市新星轻工助剂厂、河南新世纪净化材料有限公司、重庆大学、深圳市清源净水器材有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司、山西中科聚合铝有限公司、海南宜净环保有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李润生、许志远、卢正洪、铁贵波、郑怀礼、张民权、沈烈翔、李子彪、贺祝、刘幽若、赵美敬。

本标准参加起草单位:东莞市华清净水技术有限公司、成都市助测净水剂工业有限责任公司。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

- HG/T 2677—1995。

工业聚氯化铝

1 范围

本标准规定了工业聚氯化铝的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业聚氯化铝，在造纸工业中主要用作造纸施胶剂等，在精密铸造中作型砂胶结剂，也用于一般工业等。

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—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780：1997)

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(idt ISO 6685：1982)

GB/T 4472—1984 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—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696：1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示判定

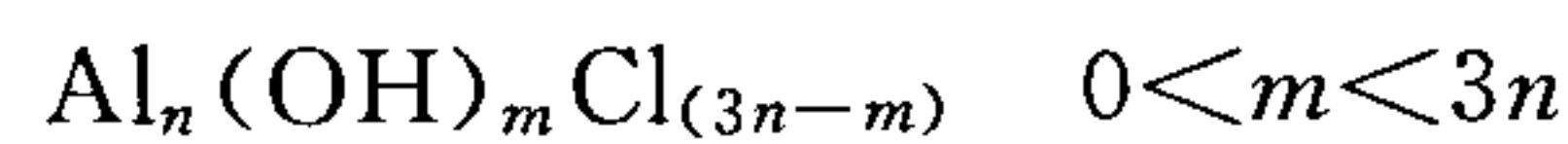
GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 示性式



4 分类

工业聚氯化铝按用途分为两类：I类造纸工业用聚氯化铝；II类一般工业用聚氯化铝。

5 要求

5.1 外观

一般工业用聚氯化铝：液体为黄色至黄褐色透明液体，固体为黄色粉末。

造纸工业用聚氯化铝：液体为无色或微黄色透明液体，固体为白色或微黄色粉末。

5.2 工业聚氯化铝应符合表1的要求

表 1 要求

项 目	指 标				
	I 类		II 类		
	液体	固体	液体	固 体	
氧化铝(Al_2O_3) $w/\%$	\geq	10.0	29.0	8.0	33.0 28.0
密度(20 °C)/(g/cm ³)	\geq	1.160	—	1.150	— —
盐基度 $w/\%$		35~85	40~85	40~95	40~95
pH 值(10 g/L 溶液)		3.5~5.0	3.5~5.0	3.5~5.0	3.5~5.0
不溶物 $w/\%$	\leq	0.10	0.30	0.2	0.3 1.0
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计) $w/\%$	\leq	0.005	0.015	—	— —
铁(Fe) $w/\%$	\leq	0.003	0.010	—	— —

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观判别

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 氧化铝含量的测定

6.4.1 氯化锌返滴定法(仲裁法)

6.4.1.1 方法提要

用硝酸将试样解聚,在 $\text{pH} \approx 3$ 时加入过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液,与铝离子络合,然后用氯化锌标准滴定溶液返滴定。

6.4.1.2 试剂

6.4.1.2.1 硝酸溶液:1+12;

6.4.1.2.2 氨水溶液:1+1;

6.4.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$;

6.4.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 5.5$):称取 272 g 乙酸钠(三水)溶于水中,加入 19 mL 冰醋酸,用水稀释至 1 000 mL;

6.4.1.2.5 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.025 \text{ mol/L}$;

6.4.1.2.6 百里酚蓝溶液:1 g/L 乙醇溶液;

6.4.1.2.7 二甲酚橙指示液:5 g/L;

6.4.1.2.8 无二氧化碳的水。

6.4.1.3 分析步骤

称取约 8 g 液体试样或 2.5 g 固体试样,精确至 0.000 2 g。用无二氧化碳的水溶解,全部转移至

250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。若稀釋液浑浊, 用中速滤纸干过滤, 此溶液为试验溶液 A, 用于氧化铝含量及盐基度的测定。

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 10 mL 硝酸溶液, 煮沸 1 min, 冷却至室温后, 准确加入 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液, 加入 3 滴~4 滴百里酚蓝溶液, 用氨水溶液中和至试验溶液从红色到黄色, 煮沸 2 min。冷却后加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、2 滴~4 滴二甲酚橙指示液, 加约 50 mL 水, 用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色, 即为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

6.4.1.4 结果计算

氧化铝含量以氧化铝(Al_2O_3)的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按式(1)计算:

式中：

V_0 ——空白试验所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V——滴定试验溶液所消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,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——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化铝($\frac{1}{2}\text{Al}_2\text{O}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=50.98$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值:液体产品不大于0.1%,固体产品不大于0.2%。

6.4.2 硫酸铜返滴定法

6.4.2.1 方法提要

在 $\text{pH} \approx 4.3$ 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返滴过量 EDTA 标准溶液。

6.4.2.2 试剂

6.4.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.4.2.2.2 氨水溶液:1+1。

6.4.2.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲

用水稀释至 1 000 mL, 摆匀。

称取 0.5293 g 高纯金属铝, 精确至 0.000 2 g, 置于 200 mL 聚乙

钠,使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热),用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后再加入10 mL,使其透明,冷却,全部转移至1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

2) 配制 称取 6.3 g 硫酸铜溶于水 加入 2 滴硫酸溶液(1)

- b) 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 (6.4.2.6), 置于 250 mL 锥形瓶中, 用水稀释至约 100 mL, 加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液, 加热至沸腾, 取下冷却, 加 5 滴 PAN 指示液, 用硫酸铜标准滴定溶液滴定溶液变为蓝色。

c) 1 mL 硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积(mL)以 K 表示, 按式(2)计算:

式中：

V_1 ——移取 EDTA 标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过 2 分度~3 分度,待密度计在试样中稳定后,读出密度计弯月面下缘的刻度(标有弯月面上缘刻度的密度计除外),即为 20 ℃时试样的密度。

6.6 盐基度的测定

6.6.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液,以氟化钾掩蔽铝离子,以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

6.6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

6.6.2.3 氟化钾溶液:500 g/L。

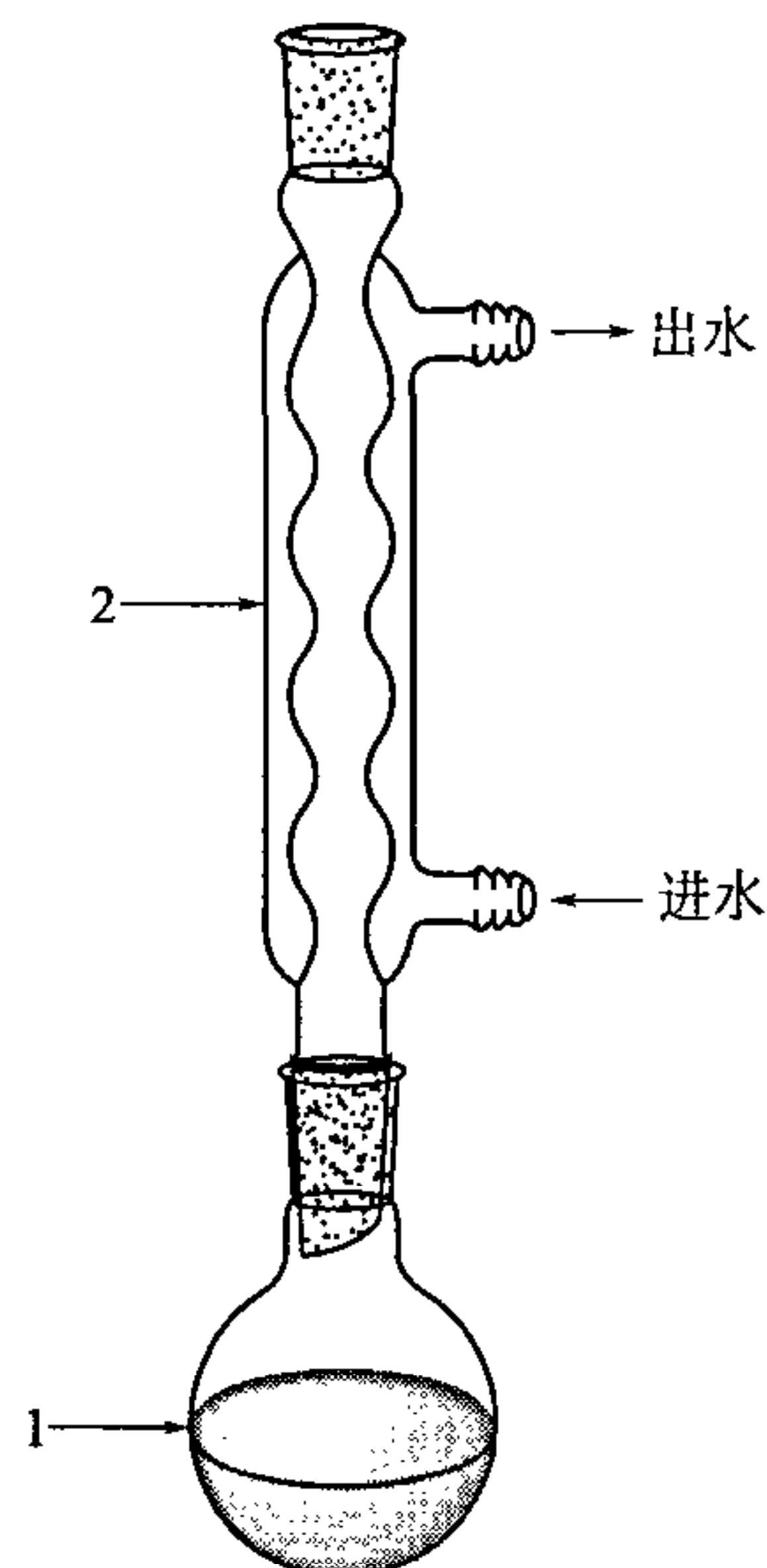
称取 500 g 氟化钾,加入 200 mL 无二氧化碳的水溶解后,用水稀释至 1 000 mL。加入 2 滴酚酞指示液,并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液呈微红色,滤去不溶物后贮于塑料瓶中。

6.6.2.4 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

6.6.2.5 无二氧化碳的水。

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 回流装置如图 1 所示。



1——磨口圆底烧瓶;

2——磨口玻璃球形冷凝管。

图 1 回流装置图

6.6.3.2 电热套。

6.6.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A(6.4.1.3),置于 250 mL 磨口圆底烧瓶中,加入 20 mL 盐酸标准溶液,接上磨口玻璃球形冷凝管,使用电热套加热煮沸回流 2 min,冷却至室温。全部转移至聚乙烯杯中,加入 20 mL 氟化钾溶液,摇匀。加入 5 滴酚酞指示液,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈现微红色,即为终点。同时用无二氧化碳的水进行空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值:液体样品不大于0.03%,固体样品不大于0.1%。

6.9 硫酸盐含量的测定

6.9.1 方法提要

试样中加入硝酸溶液加热分解,加入乙醇溶液,在80℃恒温水浴中加热,加入硝酸铅溶液生成硫酸铅沉淀,加入乙酸-乙酸铵缓冲溶液、Cu-PAN指示液,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,计算硫酸根含量。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 硝酸溶液:1+12;

6.9.2.2 无水乙醇；

6.9.2.3 硝酸铅溶液: 17 g/L;

6.9.2.4 乙醇溶液:20%:

6.9.2.5 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH 4~5);

6.9.2.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.025 \text{ mol/L}$

6.9.2.7 Cu-PAN 混合指示液:称取 1 g 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)和 11 g 乙二胺四乙酸铜钠(EDTA-CuNa₂),将其混合后,取 1 g 混合物溶于 100 mL 70 %的乙醇溶液中,使用上层清液。

6.9.3 仪器、设备

6.9.3.1 恒温水浴：温度能控制在 80 °C ± 1 °C；

6.9.3.2 微量滴定管:分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL。

6.9.4 分析步骤

称取约 20 g 液体试样或 7 g 固体试样, 精确至 0.001 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加入适量的水使其全部溶解。加入 2 mL 硝酸溶液, 在电炉上加热微沸 10 min。将烧杯置于恒温水浴中, 缓慢加入 30 mL 无水乙醇和 10 mL 硝酸铅溶液, 生成硫酸铅白色沉淀, 在恒温水浴中保温约 10 min, 使沉淀完全。用中速定量滤纸过滤, 用乙醇溶液洗涤烧杯和沉淀 3 次~4 次。将滤纸连同沉淀一起放入 250 mL 锥形瓶中, 加入 100 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液, 加热使沉淀完全溶解, 趁热加入 Cu-PAN 混合指示液, 将溶液保持在 80 °C~100 °C 条件下, 用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定溶液由红色变成黄色, 即为终点。

保存滴定后的废液，按规定处理后进行排放。

6.9.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO_4^{2-})的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(7)计算:

式中：

V——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)的标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硫酸根(SO_4^{2-})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=96.06$);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值:液体产品不大于0.001%,固体产品不大于0.005%。

6.10 铁含量的测定

6.10.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.10.2 试剂

6. 10. 2. 1 盐酸溶液:1+1;

6.10.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.10.3 仪器、设备

分光光度计;配有 4 cm 的比色皿。

6.10.4 分析步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条的规定, 使用 4 cm 比色皿, 绘制铁含量为 10 μg~100 μg 工作曲线。

6.10.4.2 测定

称取约 10 g 液体试样或 3 g 固体试样, 精确至 0.01 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加 50 mL 水、10 mL 盐酸溶液, 加热溶解。冷却后, 全部转移至 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀, 干过滤。

用移液管移取 25 mL 滤液, 置于 100 mL 容量瓶中, 以下按 GB/T 3049—2006 第 6.4 条从“必要时, 加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

6.10.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计, 数值以%表示, 按式(8)计算:

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m—试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001 %。

7 检验规则

7.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同级别的工业聚氯化铝为一批。每批产品液体不超过 200 t,固体不超过 60 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

7.3.1 液体工业聚氯化铝的采样方法：对于桶装液体产品，采样时应将采样器深入桶内，从上、中、下部位采样量不少于 100 mL。将所采样品混匀，从中取出约 800 mL，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封；对于用贮罐车装运的液体产品，应用采样器从罐的上、中、下部位采样。每个部位采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀，取出约 800 mL，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。

7.3.2 固体工业聚氯化铝的采样方法：将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 $\frac{3}{4}$ 处采样，每袋所采样品不少于100 g，将采得的样品混匀后，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塑料袋中，密封。也可采用自动分样器进行采样。

7.3.3 瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类型、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 生产厂应保证每批出厂的工业聚氯化铝都符合本标准的要求。

7.5 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中采样进行复验,复验结果

有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 工业聚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、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业聚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、类型、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业聚氯化铝采用以下包装形式：

9.1.1 固体采用塑料编织袋包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧，或用与其相当的其他方式封口；外包装采用塑料编织袋，外袋用维尼龙线或其他质量相当的线牢固缝合。每袋净含量 20 kg、25 kg 或根据用户要求协商确定包装形式和净含量。

9.1.2 液体采用聚乙烯塑料桶包装，采用双层桶盖，内盖扣严，外盖旋紧。每桶净含量 25 kg、50 kg 或根据用户要求协商确定。用户要求时，液体产品也可用清洁的槽罐车装运。

9.2 工业聚氯化铝在运输过程中应有遮盖物，包装桶不得倒置、碰撞，保持包装的密封性，防止日晒、雨淋、受潮。

9.3 工业聚氯化铝应贮存在阴凉、通风的库房，防止日晒、雨淋、受潮。

9.4 工业聚氯化铝在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下，自生产之日起液体产品保质期不少于 3 个月，固体产品保质期不少于 12 个月。

中华人民共和国

化工行业标准

工业聚氯化铝

HG/T 2677—2009

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 3/4 字数 20 千字

2010 年 6 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 0810

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

版权所有 违者必究