

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

水处理剂 有机复合硫酸铝

Water treatment chemicals—Organic composite aluminum sulfate

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会（SAC/TC63/SC5）归口。

本文件起草单位：、、。

本文件主要起草人：。

水处理剂 有机复合硫酸铝

警告：水处理剂 有机复合硫酸铝具有一定的腐蚀性和刺激性，操作人员进行作业时，应佩戴防护用具，避免与人体直接接触。如不慎接触，应立即用大量水冲洗，严重时立即就医。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了水处理剂有机复合硫酸铝的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于由聚二甲基二烯丙基氯化铵与硫酸铝复合而成的有机复合硫酸铝产品。

注：该产品主要用于浊度不小于300NTU的工业给水、废水和污水的混凝沉淀、去除有机物和色度处理，也适用于污泥脱水处理。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191-2008 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
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
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
GB 6944 危险货物分类和品名编号
GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 8946 塑料编织袋通用技术要求
GB/T 21621 危险品 金属腐蚀性试验方法
GB/T 22592 水处理剂 pH值测定方法通则
GB/T 22594—2018 水处理剂 密度测定方法通则
GB/T 31060 水处理剂 硫酸铝
GB/T 33085 水处理剂 聚二甲基二烯丙基氯化铵
HG/T 4331 水处理剂混凝性能的评价方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

有机复合硫酸铝 organic composite aluminum sulfate
由聚二甲基二烯丙基氯化铵、聚胺等有机混凝剂与硫酸铝复合而成的一类复合混凝剂。

4 要求

4.1 感官要求

淡绿色或淡黄色液体。

4.2 原料要求

生产水处理剂有机复合硫酸铝所用硫酸铝原料应符合 GB/T 31060 的规定；聚二甲基二烯丙基氯化铵应符合 GB/T 33085 的规定。

4.3 技术要求

水处理剂有机复合硫酸铝按相应的试验方法测定应符合表1要求。

表 1

指标名称	指标
氧化铝 (Al ₂ O ₃) 的质量分数/ %	≥ 7.0
旋转黏度/ (mpa·s) (25℃)	≥ 20
电荷密度/ (mmol/g)	≥ 待定
密度 (20℃) / (g/cm ³)	≥ 1.23
水不溶物的质量分数/ %	≤ 0.1
pH 值(10g/L 水溶液)	≥ 3.0
铁 (Fe) 的质量分数/ %	≤ 0.5
砷 (As) 的质量分数/ %	≤ 0.0005
铅 (Pb) 的质量分数/ %	≤ 0.0020
镉 (Cd) 的质量分数/ %	≤ 0.0010
汞 (Hg) 的质量分数/ %	≤ 0.00005
铬 (Cr) 的质量分数/ %	≤ 0.0020
混凝性能	按双方协商要求

5 试验方法

警告：本文件所使用的强酸、强碱具有腐蚀性，使用时应避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗，严重时应立即就医。

5.1 通则

本文件中原子吸收光谱法和原子荧光光谱法所用试剂和水，应使用优级纯及以上试剂和GB/T 6682—2008规定的二级水。其他试验方法应使用分析纯及以上试剂和符合GB/T 6682—2008规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、试剂及制品，除非另有规定，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

5.2 感官要求的判定

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定颜色。

5.3 氧化铝含量的测定

5.3.1 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，以氯化锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠溶液。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 水：符合GB/T 6682中三级水规格。

5.3.2.2 盐酸溶液：1+1。

5.3.2.3 乙酸钠溶液：272g/L。

5.3.2.4 氯化锌标准贮备溶液： $c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.5 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.025 \text{ mol/L}$ 。按GB/T 601配制后稀释四倍。

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

5.3.2.7 二甲酚橙指示液：2g/L。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 试液的制备

称取约10g液体试样，精确至0.2mg，置于250mL烧杯中。加100mL水和2mL盐酸溶液加热溶解并煮沸5min（必要时过滤），冷却后全部转移到500mL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。

5.3.3.2 空白试液的制备

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

5.3.3.3 测定

移取20mL试液A，置于250mL锥形瓶中，加入20.00mL EDTA溶液，煮沸1min。冷却后加入5mL乙酸钠溶液和两滴二甲酚橙指示液。用氯化锌标准滴定溶液滴定至浅粉红色。

同时做空白试验。

5.3.4 结果计算

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：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM/2 \times 10^{-3}}{mV_1/V_A} \times 100 - 0.9128w_2 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

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

V ——滴定试样时消耗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 ——氧化铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M=101.96$]；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

V_1 ——移取试液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=20$ ）；

V_A ——试液 A 的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_A=500$ ）；

0.9128——铁（Fe）换算成氧化铝（ Al_2O_3 ）的系数；

w_2 ——5.7 条测出的铁（Fe）的质量分数。

5.3.5 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0.02%。

5.4 旋转黏度的测定

5.4.1 方法提要

旋转黏度即表观黏度，它随剪切速率变化而呈可逆变化，采用旋转黏度计测量。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 旋转黏度计。

5.4.2.2 恒温水浴槽：可控温度 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。

5.4.3 试验步骤

将试样倒入烧杯中，置于 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 恒温水浴中，待试样温度与水浴温度一致时将1号转子垂直浸入试样中心位置，并使液面达到转子液位标线（有保护架应装上）。启动旋转黏度计，以60r/min的转速进行测定，待仪器稳定后，读数。重复测定三次，绝对误差不超过 $0.5\text{ mPa} \cdot \text{s}$ ，取其平均值。也可根据旋转黏度计说明书，选取适宜的黏度计转子及转速，使其读数在仪器推荐的范围内。

5.5 电荷密度的测定

5.5.1 方法提要

使用离子电荷测试仪配套的阴离子标准滴定溶液滴定待测阳离子试样，当流动电势为0mV时即为滴定终点。

5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 水：GB/T 6682-2008，一级水。

5.5.2.2 阴离子标准滴定溶液：聚茴香醚磺酸钠（PAT）或聚乙烯磺酸钠（Pes-Na）， c 约0.001mol/L。

5.5.3 仪器设备

5.5.3.1 离子电荷测试仪。

5.5.3.2 磁力搅拌器。

5.5.4 试验步骤

5.5.4.1 样品制备

5.5.4.1.1 称取约 $(200-m_1)$ g 的水于 500mL 烧杯中，将烧杯置于磁力搅拌器上，打开搅拌器于合适的转速。称取约 2g 试样 (m_1) ，精确至 0.2mg，加入到烧杯中，搅拌至完全溶解。此为样品溶液。

5.5.4.1.2 称取 $(100-m_2)$ g 的水于 250mL 烧杯中，将烧杯置于磁力搅拌器上，打开搅拌器于合适的转速。称取约 10g 样品溶液 (m_2) ，精确至 0.2mg，加入到烧杯中，搅拌至完全溶解。此为试验溶液。

5.5.4.2 测定

5.5.4.2.1 固含量的测定

使用预先于 $110^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥恒量的称量瓶称取约 1g 试样 (m) ，精确至 0.2mg，置于干燥箱中。在 $110^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥 2h。取出后置于干燥器中冷却至室温，称量，直至恒量。

5.5.4.2.2 电荷密度的测定

称取 6g~7g 试验溶液 (m_3) ，精确至 0.2mg，置于离子电荷滴定仪的测定杯中。用阴离子标准滴定溶液对试液进行滴定，记录流动电势降为 0mV 时所消耗的标准滴定溶液的体积。

同时做空白试验。

5.5.4.3 结果计算

电荷密度 EQ 以毫摩尔每克 (mmol/g) 计，按式 (2) 计算：

$$EQ = \frac{(V - V_0)c}{(m_1/200)(m_2/100)m_3(m_0/m)} \dots\dots\dots (2)$$

V ——试验溶液消耗阴离子标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试验消耗阴离子标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——阴离子标准滴定溶液的摩尔浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m_1 ——试料的的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——称取样品溶液的的质量的数值，单位为 (g)；

m_3 ——称取试验溶液的的质量的数值，单位为 (g)；

m_0 ——干燥后试料的的质量的数值，单位为 (g)；

m ——干燥前试料的的质量的数值，单位为 (g)。

5.5.4.4 允许差

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 0.1 mmol/L。

5.6 密度的测定

按 GB/T 22594—2018 中密度计法进行测定。

5.7 铁含量的测定

5.7.1 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 pH 值 2~9 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 (510nm) 处，用分光光度计测其吸光度。

5.7.2 试剂和材料

- 5.7.2.1 水：符合 GB/T 6682 中三级水规格。
- 5.7.2.2 盐酸溶液：1+1。
- 5.7.2.3 氨水溶液：1+3。
- 5.7.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH=4.5。
- 5.7.2.5 抗坏血酸溶液：20g/L。称取 10.0g 抗坏血酸溶于约 200mL 水中，加入 0.20g 乙二胺四乙酸二钠及 8mL 甲酸，用水稀释至 500mL，混匀。贮存于棕色瓶中，备用，保存期为 15d。
- 5.7.2.6 邻菲罗啉溶液：2g/L。溶解 0.5g 盐酸邻菲罗啉（一水合物）（ $C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$ ）于水中并稀释至 100mL。或将 0.42g 邻菲罗啉（一水合物）（ $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ）溶于含有两滴盐酸的 100mL 水中。此溶液储存在暗处，可稳定放置一周。
- 5.7.2.7 铁标准贮备溶液：0.1mg/mL。
- 5.7.2.8 铁标准溶液：1mL 含有 0.01mgFe。移取 10mL 铁标准贮备溶液于 100mL 容量瓶中并稀释至刻度，此溶液现用现配。

5.7.3 仪器、设备

分光光度计：带有光程为3cm的吸收池。

5.7.4 校准曲线的绘制

分别取0（空白）、2.00mL、4.00mL、5.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL铁标准溶液于七个100mL容量瓶中，加水至约40mL，用盐酸溶液调pH值接近2，加3.0mL抗坏血酸溶液，10.0mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液，5.0mL邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度，摇匀。室温下放置15min，用分光光度计于510nm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并计算回归方程。

5.7.5 分析步骤

移取适量体积的试液A，置于100mL容量瓶中，加水至约40mL，用盐酸溶液或氨水溶液调pH接近2，加3.0mL抗坏血酸溶液，10.0mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液，5.0mL邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度，摇匀。室温下放置15min，用分光光度计于510nm处，以试剂空白调零测其吸光度。

5.7.6 结果计算

铁（Fe）含量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m V / V_A} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——根据测定的试液的吸光度，由回归方程计算出的铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

V ——移取试液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_A ——试液 A 的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_A=500$ ）。

5.7.7 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0.005%。

5.8 水不溶物含量的测定

5.8.1 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。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 水：符合 GB/T 6682 中三级水规格。

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

5.8.3 仪器、设备

坩埚式过滤器：滤板孔径为 $5\mu\text{m} \sim 15\mu\text{m}$ 。

5.8.4 分析步骤

称取约20g试样，精确至0.01g，置于250mL烧杯中，加100mL水，加热溶解。趁热用已于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒量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 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至恒量。

5.8.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_2 ——坩埚式过滤器连同水不溶物的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——坩埚式过滤器的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，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0.005%。

5.9 pH 值的测定

按GB/T 22592进行测定。

5.10 砷含量的测定

5.10.1 方法原理

试样经加酸处理后，加入硫脲使五价砷预还原为三价砷，再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢，由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷，在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在固定条件下与被测溶液中的砷浓度成正比，与标准系列比较定量。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 盐酸。

- 5.10.2.2 盐酸溶液：1+19。
- 5.10.2.3 硝酸溶液：1+1。
- 5.10.2.4 硝酸溶液：1+4。
- 5.10.2.5 硫脲溶液：50g/L。
- 5.10.2.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取 5.0g 氢氧化钠和 20.0g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至 1000mL，贮存于聚乙烯瓶中。
- 5.10.2.7 砷标准贮备液：0.1mg/mL。
- 5.10.2.8 砷标准溶液：1μg/mL。移取 10.00mL 砷标准贮备液于 100mL 容量瓶中，加 10.0mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。移取 10.00mL 此溶液置于 100mL 容量瓶中，加 10.0mL 盐酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液现用现配。

5.10.3 仪器、设备

- 5.10.3.1 原子荧光光谱仪：配有砷空心阴极灯。
- 5.10.3.2 玻璃仪器：均需用硝酸溶液浸泡 24h 以上，用水冲洗后备用。

5.10.4 校准曲线的绘制

- 5.10.4.1 分别移取 0.00mL（空白）、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 砷标准溶液于六个 100mL 容量瓶中，分别加入 10mL 盐酸，20mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0μg/L、20μg/L、40μg/L、60μg/L、80μg/L、100μg/L。
- 5.10.4.2 仪器稳定后，以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，以盐酸溶液为载流溶液，在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。
- 5.10.4.3 以测得的荧光值为纵坐标，相对应的砷的质量浓度（μg/L）为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

使用原子荧光光谱仪测定时，所需的硼氢化钾溶液浓度、载流溶液浓度、待测样品溶液和硼氢化钾溶液间的酸碱度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸度会因仪器的型号不同而有差异，使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

5.10.5 样品测定

称取约 2.5g 试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 烧杯中，加 30mL 水、1mL 硝酸溶液，盖上表面皿煮沸约 1min，冷至室温后转移至 100mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸，10mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 5.10.1.4.2 的步骤进行测定（如有浑浊，使用中速定量滤纸干过滤后测定），由校准曲线或回归方程得出砷的质量浓度。

5.10.6 结果计算

砷含量以质量分数 w_5 计，数值以%表示，按式(6)计算：

$$w_5 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \dots \dots \dots (6)$$

式中：

- ρ —由校准曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；
- V —试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=100$ ）；
- m —试料的的质量的数值，单位为克（g）。

5.10.7 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0.00005%。

5.11 铅含量的测定

5.11.1 火焰原子吸收光谱法

5.11.1.1 方法提要

向试样中加入二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液使铅螯合，用4-甲基-2-戊酮萃取，用原子吸收光谱法在波长283.3nm处测定吸光度，求出铅含量。

5.11.1.2 试剂和材料

5.11.1.2.1 4-甲基-2-戊酮。

5.11.1.2.2 硝酸溶液：1+1。

5.11.1.2.3 盐酸溶液：1+3。

5.11.1.2.4 氨水溶液：1+1。

5.11.1.2.5 柠檬酸铵溶液：500g/L。

5.11.1.2.6 硫酸铵溶液：400g/L。

5.11.1.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液：100g/L。

5.11.1.2.8 铅标准贮备溶液：0.1mg/mL。

5.11.1.2.9 铅标准溶液：10 μ g/mL。移取 10.00mL 铅标准贮备溶液于 100mL 容量瓶中，加入 15mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

5.11.1.3 仪器、设备

5.11.1.3.1 原子吸收光谱仪。

5.11.1.3.2 铅空心阴极灯。

5.11.1.4 校准曲线的绘制

5.11.1.4.1 分别移取 0.00mL（空白）、2.50mL、5.00mL、7.50mL 铅标准溶液于 100mL 烧杯中，加入 2mL 硝酸溶液，加水至约 30mL。此系列溶液中铅含量分别为 0 μ g、25 μ g、50 μ g、75 μ g。

5.11.1.4.2 加入 3mL 柠檬酸铵溶液及 15mL 硫酸铵溶液，用氨水溶液或盐酸溶液调整 pH 值至 5.0~5.2（使用 pH 计）。然后加入 3mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液并混合均匀。

5.11.1.4.3 静置 3min 后，移入分液漏斗中。依次加入 25.00mL 4-甲基-2-戊酮，混摇 2min，再静置 10min 后，弃去水层，将萃取液收集于干燥的容量瓶中。

5.11.1.4.4 在仪器的最佳工作条件下，于波长 283.3nm 处，以试剂空白调零，测其吸光度。

5.11.1.4.5 以测得的吸光度为纵坐标，相对应的铅的质量（ μ g）为横坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

5.11.1.5 测定

5.11.1.5.1 称取约 5g 试样，精确至 0.2mg，置于 250mL 烧杯中，加入 30mL 水、2mL 硝酸溶液，盖上表面皿煮沸约 1min，冷至室温。

5.11.1.5.2 按 5.12.4.2~5.12.4.3 操作制得萃取液（此萃取液也用于镉含量的测定）。

5.11.1.5.3 在仪器的最佳工作条件下，于波长 283.3nm 处，以试剂空白调零，测其吸光度。

5.11.1.6 结果计算

铅含量以质量分数 w_6 计，数值以%表示，按式（7）计算：

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m ——由校准曲线或回归方程得出的试样中铅的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

5.11.1.7 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 0.0005 %。

5.11.2 电加热原子吸收光谱法

5.11.2.1 方法提要

采用电加热原子吸收光谱法，在波长283.3nm处测定吸光度，求出铅的质量。

5.11.2.2 试剂和材料

5.11.2.2.1 水：符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.11.2.2.2 硝酸溶液：1+1。

5.11.2.2.3 铅标准贮备液：0.1mg/mL。

5.11.2.2.4 铅标准溶液：移取 10.00mL 铅标准贮备液放入 1000mL 容量瓶中，加 20mL 硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 0.001mgPb。

5.11.2.3 仪器、设备

5.11.2.3.1 原子吸收光谱仪。

5.11.2.3.2 微量进液装置：装有按钮式 5 μL ~500 μL 微量液体流量计或自动进样器。

5.11.2.3.3 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。

5.11.2.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

5.11.2.3.5 铅空心阴极灯。

5.11.2.4 分析步骤

5.11.2.4.1 试样溶液的制备

称取约 25g液体试样或 12.5g固体试样，精确至 0.2mg，置于 100mL烧杯中，加水 30mL、硝酸溶液 5mL，盖上表面皿煮沸约 1min，冷至室温后转移至 250mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此为试液 D。

5.11.2.4.2 分别移取 0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL 铅标准溶液于 4 个 50mL 容量瓶中，加 1 mL 硝酸溶液，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 283.3nm 处测其吸光度。以铅标准溶液的质量浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

5.11.2.4.3 移取适量体积的试液 D，按 5.12.2.4.2 操作，测定。由校准曲线或回归方程得出铅的质

量浓度。

5.11.2.5 结果计算

铅含量以质量分数 w_6 计，数值以%表示，按式(8)计算：

$$w_6 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_D} \times 100 \quad (8)$$

式中：

ρ ——试样中铅的质量浓度的数值，单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；

V ——测定时试样溶液总体积的数值，单位为毫升(mL) ($V=50$)；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

V_1 ——移取试液D的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_D ——试液D的总体积的数值，单位为毫升(mL) ($V_D=250$)。

5.11.2.6 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0.00005%。

5.12 镉含量的测定

5.12.1 火焰原子吸收光谱法

5.12.1.1 方法提要

向试样中加入二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液使镉螯合，用4-甲基-2-戊酮萃取，用原子吸收光谱法，在波长228.8nm处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度，求出镉含量。

5.12.1.2 试剂和材料

5.12.1.2.1 4-甲基-2-戊酮。

5.12.1.2.2 氨水溶液：1+1。

5.12.1.2.3 盐酸溶液：1+3。

5.12.1.2.4 硝酸溶液：1+1。

5.12.1.2.5 柠檬酸铵溶液：500g/L。

5.12.1.2.6 硫酸铵溶液：400g/L。

5.12.1.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液：100g/L。

5.12.1.2.8 镉标准贮备溶液：0.1mg/mL。

5.12.1.2.9 镉标准溶液：10 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 10.00mL 镉标准贮备液置于 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。

5.12.1.3 仪器、设备

5.12.1.3.1 原子吸收光谱仪。

5.12.1.3.2 镉空心阴极灯。

5.12.1.4 校准曲线的绘制

5.12.1.4.1 分别移取 0.00mL (空白)、0.50mL、1.50mL、2.50mL 镉标准溶液于 100mL 烧杯中，加入

1mL 硝酸溶液，加水至约 30mL。此系列溶液中镉含量分别为 0.00μg、2.50μg、7.50μg、12.50μg。

5.12.1.4.2 加入 3mL 柠檬酸铵溶液及 15mL 硫酸铵溶液，用氨水溶液或盐酸溶液调整 pH 值至 5.0~5.2（使用 pH 计）。加入 3mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液并混合均匀。

5.12.1.4.3 静置 3min 后，转移至分液漏斗中。加入 25.00mL 4-甲基-2-戊酮，混摇 2min 后静置 10min 后，弃去水层，将萃取液收集于干燥的容量瓶中。

5.12.1.4.4 在仪器最佳工作条件下，于 228.8nm 波长处，以试剂空白调零，测其吸光度。

铅、镉可做混合标准溶液。

5.12.1.4.5 以测得的吸光度为纵坐标，相对应的镉的质量（μg）为横坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

5.12.1.5 测定

将 5.12.5.2 制得的萃取液在仪器最佳工作条件下，于 228.8nm 波长处，以试剂空白调零，测其吸光度。

5.12.1.6 结果计算

镉含量以质量分数 w_7 计，数值以 % 表示，按式（9）计算：

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots \dots \dots (9)$$

式中：

m ——由校准曲线或回归方程得出的试样中镉的质量的数值，单位为微克（μg）；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

5.12.1.7 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 0.00005%。

5.12.2 电加热式原子吸收光谱法

5.12.2.1 方法提要

采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。

5.12.2.2 试剂和材料

5.12.2.2.1 水：符合 GB/T 6682 中二级水规格。

5.12.2.2.2 硝酸溶液：1+1。

5.12.2.2.3 镉标准贮备液：0.1 mg/1 mL。

5.12.2.2.4 镉标准溶液：移取 10.00mL 镉标准贮备液放入 1000 mL 容量瓶中，加 20 mL 硝酸溶液，并用水稀释至刻度，摇匀。再取 10.00mL 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 1mL 含 0.1μgCd。该溶液现用现配。

5.12.2.3 仪器、设备

5.12.2.3.1 微量进液装置：装有按钮式 5μL~500μL 微量液体流量计或自动进样器。

5.12.2.3.2 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。

5.12.2.3.3 发热炉：石墨或耐高温金属制。

5.12.2.3.4 镉空心阴极灯。

5.12.2.4 分析步骤

5.12.2.4.1 分别移取 0.00mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL 镉标准溶液于 4 个 50mL 容量瓶中，加 1mL 硝酸溶液，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 228.8nm 处测其吸光度。以镉标准溶液的质量浓度 ($\mu\text{g/L}$) 为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

5.12.2.4.2 移取适量体积的试液 D，按 5.13.2.4.1 操作，测定。由校准曲线或回归方程得出镉的质量浓度。

5.12.2.4.3 结果计算

镉含量以质量分数 w_7 计，数值以 % 表示，按式 (10) 计算：

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m_0 V_1 / V_D} \times 100 \quad (10)$$

式中：

ρ ——试样中镉的质量浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

V ——测定时试样溶液总体积的数值，单位为毫升 (mL) ($V=50$)；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

V_1 ——移取试液 D 的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_D ——试液 D 的总体积的数值，单位为毫升 (mL) ($V_D = 250$)。

5.12.2.5 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 0.000005%。

5.13 汞含量的测定

5.13.1 方法提要

试样经酸加热消解后，在酸性介质中，试样中的汞被硼氢化钾 (KBH_4) 还原成原子态汞，由载气 (氩气) 带入原子器中，在汞空心阴极灯照射下，基态汞原子被激发至高能态，在去活化到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与汞含量成正比，与标准系列比较定量。

5.13.2 试剂和材料

5.13.2.1 盐酸。

5.13.2.2 硝酸溶液：1+1。

5.13.2.3 硝酸溶液：1+4。

5.13.2.4 盐酸溶液：1+19。

5.13.2.5 硼氢化钾-氢氧化钠溶液：称取 2.5g 氢氧化钠和 10.0g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至 1000mL，该溶液现用现配。

5.13.2.6 汞标准贮备溶液：0.1mg/mL。

5.13.2.7 汞标准溶液 I：5 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 5mL 汞标准贮备溶液于 100mL 容量瓶中，加入 0.05g 重铬酸钾、5mL 硝酸，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.13.2.8 汞标准溶液 II：0.05 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 1mL 汞标准溶液 I 置于 100mL 容量瓶中，加入 0.05g 重铬酸钾、5mL 硝酸，用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.13.3 仪器、设备

5.13.3.1 原子荧光光谱仪：配有汞空心阴极灯。

5.13.3.2 玻璃仪器：均需用硝酸（1+1）浸泡 24h 以上，用水冲洗干净后备用。

5.13.4 校准曲线的绘制

5.13.4.1 分别取 0.00（空白）、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 汞标准溶液 II 于六个 100mL 容量瓶中，分别加入 5mL 盐酸，稀释至刻度，摇匀。此系列溶液中汞含量分别为 0μg/L、1.0μg/L、2.0μg/L、3.0μg/L、4.0μg/L、5.0μg/L。

5.13.4.2 仪器稳定后，以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，盐酸溶液为载流溶液，在仪器的最佳工作条件下，测其荧光值。

5.13.4.3 以测得的荧光值为纵坐标，相对应的汞的质量浓度（μg/L）为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

使用原子荧光光谱仪测定时，所需的硼氢化钾溶液浓度、载流溶液浓度、待测样品溶液和硼氢化钾溶液间的酸碱度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸度会因仪器的型号不同而有差异，使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

5.13.5 测定

移取适量的试液 D。按 5.14.4.2 的步骤进行测定，由校准曲线或回归方程得出汞含量。

5.13.6 结果计算

汞含量以质量分数 w_8 计，数值以%表示，按式（11）计算：

$$w_8 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m V_1 / V_D} \times 100 \dots \dots \dots (11)$$

式中：

ρ —由校准曲线查得或回归方程得出的汞的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

V —试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=100$ ）；

m —试料的质量的数值，单位为克（g）。

V_1 ——移取试液D的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_D ——试液D的总体积的数值，单位为毫升(mL)（ $V_D=250$ ）。

5.13.7 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 0.000005%。

5.14 铬含量的测定

5.14.1 方法提要

采用电加热原子吸收光谱法，在波长429.0nm处测定铬原子的吸光度，求出铬含量。

5.14.2 试剂与材料

5.14.2.1 硝酸溶液：1+1。

5.14.2.2 铬标准贮备溶液：0.1mg/mL。

5.14.2.3 铬标准溶液：1μg/mL。移取 10.00mL 铬标准贮备溶液于 1000mL 容量瓶中，加入 20mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

5.14.3 仪器、设备

5.14.3.1 原子吸收光谱仪：配有铬空心阴极灯。

5.14.3.2 微量进液装置：装有按钮式 5 μL~500 μL 微量液体流量计或自动进样器。

5.14.3.3 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。

5.14.3.4 发热炉：石墨或耐高温金属制。

5.14.4 分析步骤

5.14.4.1 分别移取 0.00、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 铬标准溶液于六个 50mL 容量瓶中，加 1mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

5.14.4.2 在仪器的最佳工作条件下，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 429.0nm 处测其吸光度。

5.14.4.3 以测得的吸光度为纵坐标，对应的铬的质量浓度（μg/L）为横坐标，绘制校准曲线或计算回归方程。

5.14.5 测定

移取适量试液 D（如有浑浊，使用中速定量滤纸干过滤）置于 50mL 容量瓶中，按 5.15.4.2 进行测定，由校准曲线查得或回归方程计算出铬的质量浓度。

5.14.6 结果计算

铬含量以质量分数 w_9 计，数值以 % 表示，按式（12）计算：

$$w_9 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m V_1 / V_D} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中：

ρ ——试样中铬的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

V ——测定时试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=50$ ）；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

V_1 ——移取试液 D 的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=5$ ）；

V_D ——试液 D 的总体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_D=250$ ）。

5.14.7 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 0.00005%。

5.15 混凝性能的测定

按照 HG/T 4331-2012 的规定进行测定。

6 检验规则

- 6.1 本文件规定的全部指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每三个月至少进行一次型式检验。其中氧化铝、旋转黏度、密度、水不溶物、pH 值、铁、氨氮指标项目应逐批检验。
- 6.2 每批产品应不超过 500t。
- 6.3 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。
- 6.4 桶装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 100mL。将所采样品混匀，从中取出约 800mL，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。
- 6.5 贮罐装产品采样时，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 250mL。将所采样品混匀，取出约 800mL，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。
- 6.6 在密封的样品瓶上粘标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。
- 6.7 检验结果按 GB/T 8170—2008 规定的修约值比较法进行判定。
- 6.8 检验结果中如果指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果即使只有一项不符合本文件要求时，整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

- 7.1 有机复合硫酸铝的外包装上应有涂刷牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、净质量、批号和生产日期、本文件编号以及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。根据需要按 GB/T 21621 和 GB 6944 对产品进行腐蚀性判定并依据判定结果确定对应的标志。
- 7.2 有机复合硫酸铝产品采用聚乙烯塑料桶包装或耐酸贮罐装运。
- 7.3 有机复合硫酸铝在运输过程中应有遮盖物，避免雨淋、受潮。
- 7.4 有机复合硫酸铝应贮存在阴凉、通风干燥的库房内，产品贮存期为六个月。
-