

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

高纯工业品 结晶氯化铝

High purity industrial product—Crystal aluminum chloride

征求意见稿

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无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件为首次发布。

高纯工业品 结晶氯化铝

1 范围

本文件规定了高纯工业品结晶氯化铝的要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于高纯工业品结晶氯化铝。

注：该产品用于国防、航天航空、5G陶瓷、新能源、精密铸造等高新技术领域，用作晶体纤维、耐火材料、吸附材料、纳米粉体等的制造。

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—2025 包装储运图形符号标志

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/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 45967—2025 无机化工产品中总碳和总有机碳含量测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

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

相对分子质量：241.42（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：白色晶体。

5.2 高纯工业品结晶氯化铝按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	一等品
氯化铝（以 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 计） w/ %	\geq 99.0	98.5
水不溶物 w/ %	\leq 0.005	0.01
钠（Na） w/ %	\leq 0.001	0.002
镁（Mg） w/ %	\leq 0.000 5	0.001
钙（Ca） w/ %	\leq 0.000 5	0.001
铁（Fe） w/ %	\leq 0.000 5	0.001
重金属（以 Pb 计） w/ %	\leq 0.001	0.003
硫酸盐（以 SO_4 计） w/ %	\leq 0.000 5	0.001
总有机碳（TOC） w/ %	\leq 0.005	0.01

6 试验方法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。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安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的三级水。

试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上目视法判定外观。

6.3 氯化铝含量测定

6.3.1 原理

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）反应，生成配合物。在 pH 值约为 6 时，以二甲酚橙为指示剂，用氯化锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 乙酸钠溶液：272 g/L。

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

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

按照HG/T 3696.1配制氯化锌标准滴定溶液[$c(\text{ZnCl}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]后准确稀释4倍。

6.3.2.4 二甲酚橙指示液：2 g/L。

6.3.3 试验步骤

称取约 3.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加水溶解，全部转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

分别用移液管移取 10 mL 上述试验溶液、20 mL 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，煮沸 1 min，冷却至室温，加入 5 mL 乙酸钠溶液和 2 滴二甲酚橙指示液，加入 50 mL 水，用氯化锌标准滴定溶液滴定至浅粉红色即为终点。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

6.3.4 试验数据处理

氯化铝含量以六水氯化铝（ $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times 10^{-3} \times cM_1}{m \times 10/250} \times 100\% - \frac{M_1}{M_2} \times w_{\text{Fe}} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

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

V_1 ——滴定试验溶液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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_1 ——氯化铝（ $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1 = 241.42$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

M_2 ——铁（Fe）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2 = 55.85$ ）；

w_{Fe} ——由6.5测得的铁（Fe）的质量分数，单位为百分比（%）。

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 0.3 %。

6.4 水不溶物含量的测定

6.4.1 原理

试样溶于水后，经过滤、洗涤、干燥后，烘干至质量恒定，根据烘干后残留物的量，确定水不溶物的含量。

6.4.2 试剂或材料

硝酸银溶液：17 g/L。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。

6.4.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。

6.4.4 试验步骤

称取约 50 g 试样，精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中，加水搅拌使其全部溶解后，用已于 105°C±2°C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤至无氯离子为止（用硝酸银溶液检验），将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 105°C±2°C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.4.5 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——干燥后水不溶物及玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

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优等品不大于 0.001%，一等品不大于 0.005%。

6.5 钠、镁、钙含量的测定

6.5.1 原理

在硝酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素的含量。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 硝酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

6.5.2.2 混合标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）、镁（Mg）、钙（Ca）各 0.01 mg。

按照 HG/T 3696.2 配制标准贮备液后准确稀释，或选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000 μg/mL）准确稀释。

该溶液现用现配。

6.5.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

6.5.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

6.5.4 试验步骤

6.5.4.1 标准曲线的绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 混合标准溶液，再分别加入 2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件，参考表 2 中给出的各待测元素推荐波长处，测定溶液的光谱强度。

以每个标准溶液中待测物的质量（mg）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，绘制各待测元素标准曲线。

表 2（也可选择其他波长）

杂质元素	钠	镁	钙	铁
波长/nm	589.595	280.270	396.847	259.940

6.5.4.2 试验

称取约 1.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加适量水润湿，加入 2 mL 硝酸溶液，使其溶解，冷却后全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

在电感耦合等离子体发射光谱仪上，测定试验溶液中各待测元素的光谱强度，根据各待测元素的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的各待测物的质量。

6.5.5 试验数据处理

试验溶液中各待测元素含量以待测元素的质量分数 w_i 计，按公式（3）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times k \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_i ——从标准曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

k ——试验溶液的稀释倍数；

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算术平均值的 20 %。

6.6 铁含量的测定

6.6.1 原理

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.6.2 试剂或材料

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.6.3 仪器设备

分光光度计：带有4 cm或5 cm比色皿。

6.6.4 试验步骤

6.6.4.1 标准曲线的绘制

按GB/T 3049—2006中6.3的规定，使用4 cm或5 cm比色皿及相应的铁标准溶液用量，绘制铁含量标准曲线。

6.6.4.2 试验

称取约 10.0 g 试样，精确至 0.01 g，置于烧杯中，加适量水、2 mL 盐酸溶液溶解（可加热煮沸），加水至约 60 mL。将试验溶液和空白试验溶液，分别置于 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 的规定进行操作。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.6.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_{Fe} 计，按公式（4）计算：

$$w_{\text{Fe}} = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铁质量的数值，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 0.000 1 %。

6.7 重金属含量的测定

6.7.1 原理

试样用水溶解后，在弱酸介质（ $\text{pH} \approx 3.5$ ）中，硫离子与试验溶液中的重金属离子生成棕褐色沉淀，与同法处理的铅标准比色溶液比对。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 氨水溶液：1+1。

6.7.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.7.2.3 乙酸盐缓冲溶液（ $\text{pH} \approx 3.5$ ）。

称取 25.0 g 乙酸铵，加 25 mL 水溶解，加 45 mL 盐酸溶液，再用稀盐酸（5%）或氨水（2.5%）调节 pH 值至 3.5，用水稀释至 100 mL。

6.7.2.4 硫化钠溶液。

6.7.2.5 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.01 mg。

按照 HG/T 3696.2 配制标准贮备液后准确稀释，或选用有证系列国家标准物质的单标溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）准确稀释。

该溶液现用现配。

6.7.3 试验步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加少量水溶解，用氨水溶液或盐酸溶液调至 $\text{pH} \approx 3.5$ （用精密 pH 试纸检验），再全部转移至 50 mL 比色管中，加入 5 mL 乙酸盐缓冲溶液、5 滴硫化钠溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。

标准比色溶液分别移取铅标准溶液：优等品 2.00 mL，一等品 6.00 mL，与试样同时同样处理。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比色溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所产生的颜色深于标准比色溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

6.8 硫酸盐（以 SO_4 计）含量测定

6.8.1 原理

在酸性介质中，用氯化钡沉淀硫酸根离子，与硫酸钡标准悬浮液比浊。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 95%乙醇。

6.8.2.2 盐酸溶液：1+2。

6.8.2.3 氯化钡溶液：100 g/L。

6.8.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐(以 SO_4 计)0.010 mg。

按照 HG/T 3696.2 配制标准贮备液后准确稀释，或选用有证系列国家标准物质的单标溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）准确稀释。

该溶液现用现配。

6.8.3 试验步骤

称取 $5.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，以少量水溶解后全部转移至 50 mL 比色管中。加 1 mL 盐酸溶液，用水稀释至 40 mL。再加 5 mL 95%乙醇，3 mL 氯化钡溶液，用水稀释到刻度，摇匀。放置 5 min。于黑背景下与标准比色溶液比对，所产生的浊度不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是优等品、一等品分别移取 2.50 mL、5.00 mL 硫酸盐标准溶液，置于 50 mL 比色管中，从“加 1 mL 盐酸溶液……”开始，与试样同时同样处理。

6.9 总有机碳（TOC）的测定

称取约 1.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 无二氧化碳的水溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。按 GB/T 45967-2025 中 7.1 进行总有机碳含量测定。

7 检验规则

7.1 本文件采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定：

a) 第 5 章规定的所有指标项目为型式检验项目，正常情况下每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- 更新关键设备和生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大的差异；
- 合同规定。

b) 第 5 章规定的氯化铝、水不溶物、钠、镁、钙、铁含量为出厂检验项目，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一等级的高纯工业品结晶氯化铝为一批。每批产品不超过 50 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

7.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志和随行文件

8.1 高纯工业品结晶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、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号及 GB/T 191—2025 中规定的“避免雨淋”“避免日晒”标志。

8.2 每批出厂的高纯工业品结晶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、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 高纯工业品结晶氯化铝采用内衬两层聚乙烯塑料袋和外套塑料编织袋三层包装。内袋热合，外袋应牢固缝合，无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 25 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 高纯工业品结晶氯化铝在运输过程中应防止雨淋、受热、受潮。

9.3 高纯工业品结晶氯化铝应贮存于通风、阴凉、干燥处，防止雨淋、受热、受潮。