

中华人民共和国化工行业标准

HG 2565—94

工业硫酸铝钾

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业硫酸铝钾的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于天然明矾石加工制得的工业硫酸铝钾。主要用于水质净化、造纸施胶、涂料印染、水产品腌制、制药、制革、橡胶及有色玻璃等行业。

分子式： $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 或 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：474.39 或 948.78(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

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 试验方法中所用试剂及制品的制备

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 邻菲罗啉分光光度法

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 8450 食品添加剂中砷的测定方法

GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验法

GB 8946 塑料编织袋

GB 8947 复合塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观：无色透明、半透明块状、粒状或晶状粉末。

3.2 工业硫酸铝钾应符合下表要求：

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 含量(干基计) $\geq$	99.2	98.6	97.6
铁(Fe)含量(干基计) $\leq$	0.01	0.01	0.05
重金属(以 Pb 计)含量 $\leq$	0.002	0.002	0.005
砷(As)含量 $\leq$	0.000 2	0.000 5	0.001
水不溶物含量 $\leq$	0.2	0.4	0.6
水分 $\leq$	1.0	1.5	2.0

中华人民共和国化学工业部 1994-02-09 批准

1994-07-01 实施

4 试验方法

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 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 硫酸铝钾含量的测定

4.1.1 方法提要

在酸性介质中,EDTA 与铝形成络合物,用硝酸铅返滴定过量的 EDTA。从而确定硫酸铝钾的含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+4;

4.1.2.2 氨水(GB/T 631)溶液:1+1;

4.1.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈6;

4.1.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB/T 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.05mol/L;

4.1.2.5 硝酸铅(HG/T 3—1070)标准滴定溶液: $c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ 约为 0.05mol/L;

4.1.2.6 二甲酚橙指示液:2g/L;

4.1.2.7 刚果红试纸。

4.1.3 分析步骤

称取按 4.6.3 条研磨并经干燥的 5g 试样(精确至 0.000 2g),置于 150mL 烧杯中,加 80mL 水、加热溶解。冷却后移入 250mL 容量瓶中,加 10 滴盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀(混浊时可过滤,弃去初始滤液),此为溶液 A。

用移液管移取 50mL 溶液 A,置于 250mL 锥形瓶中,再用移液管移取 50mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液,放入一小块刚果红试纸,然后用氨水溶液调至试纸呈紫红色(pH5~6),加 15mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸 3min,冷却后加 3~4 滴二甲酚橙指示液,用硝酸铅标准滴定溶液滴定至橙黄色为终点。同时作空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_0 - V) \cdot c \times 0.4744}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 - X_2 \times 8.49$$

$$= \frac{237.2c(V_0 - V)}{m} - 8.49X_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——硝酸铅标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_0 ——滴定空白所消耗的硝酸铅标准滴定溶液的体积, mL;

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸铅标准滴定溶液的体积, mL;

X_2 ——按 4.2 条测定的铁的百分含量, %;

m ——试料质量, g;

0.4744——与 1.00mL 硝酸铅标准滴定溶液 $\{c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]=1.000\text{mol/L}\}$ 相当的以克表示的硫酸铝钾的质量;

8.49——铁换算成硫酸铝钾的系数。

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 0.2%。

4.2 铁含量的测定

4.2.1 方法提要

同 GB/T 3049 第 2 条。

4.2.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 第 3 条。

4.2.3 仪器、设备

分光光度计:带有 3cm 的吸收池

4.2.4 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 第 5.3 条的规定,用 3cm 的吸收池及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.2.5 分析步骤

用移液管移取 50mL(优等品、一等品)或 10mL(合格品)溶液 A(4.1.3),置于 100mL 容量瓶中,再取 50mL 水于另一个 100mL 容量瓶中,加水至约 60mL,用盐酸溶液调节 pH 约为 2,用精密 pH 试纸检验 pH。以下按 GB/T 3049 第 5.4 条所述从“加 2.5mL 抗坏血酸溶液……开始至测量溶液的吸光度为止”进行操作。

4.2.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{V}{250} \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{25(m_1 - m_0)}{mV} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁的质量,mg;

V ——移取溶液 A(4.1.3)的体积,mL;

m ——试料质量,g。

4.2.7 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 0.003%。

4.3 重金属含量的测定

4.3.1 方法提要

同 GB 8451 中第 2 条。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸羟胺(GB/T 6685);

4.3.2.2 乙酸(GB/T 676)溶液:300g/L;

4.3.2.3 硫化氢饱和溶液,临用时制备;

4.3.2.4 盐酸(GB/T 622)溶液:1+3;

4.3.2.5 铅标准溶液:1mL 溶液含有 0.01mgPb;

配制:用移液管移取 10mL 按 GB/T 602 配制的铅标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

4.3.3 分析步骤

称取 5.0g 研磨后的试样(精确至 0.01g),置于 100mL 烧杯中,加水溶解,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,用移液管移取 20mL 滤液,置于 50mL 比色管中,加水至 25mL,加 5 滴盐酸溶液,0.1g 盐酸羟胺、0.5mL 乙酸溶液、10mL 硫化氢饱和溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于暗处放置 10min,所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是移取 2mL(优等品、一等品)或 5mL(合格品)的铅标准溶液,置于 50mL 比色管中,

“从加水至 25mL……开始”，与试验溶液同时同样处理。

4.4 砷含量的测定

4.4.1 方法提要

同 GB 8450 第 2.1 条。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 无砷锌(GB/T 2304)；

4.4.2.2 盐酸(GB/T 622)；

4.4.2.3 碘化钾(GB/T 1272)溶液：150g/L；

4.4.2.4 氯化亚锡(GB/T 638)溶液：400g/L；

4.4.2.5 砷标准溶液：1mL 溶液含有 0.001mgAs；

配制：用移液管移取 10mL 按 GB/T 602 配制的砷标准溶液，置于 1 000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

4.4.2.6 乙酸铅棉花；

4.4.2.7 溴化汞试纸。

4.4.3 仪器、设备

定砷器：同 GB 8450 中第 2.3 条。

4.4.4 分析步骤

称取 1.00 ± 0.01 g 研磨后的试样，置于测砷瓶中，加 25mL 水、加 5mL 盐酸、5mL 碘化钾溶液、5 滴氯化亚锡溶液，摇匀。室温放置 10min。然后加入 3g 无砷锌，立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管，于 $25 \sim 40^\circ\text{C}$ 暗处放置 1h。取出溴化汞试纸，所呈砷斑颜色不得深于标准。

标准是移取 2mL(优等品)、5mL(一等品)、10mL(合格品)的砷标准溶液，置于测砷瓶中，加水至 25mL，从加“5mL 盐酸……”开始，与试样同时同样处理。

4.5 水不溶物含量的测定

4.5.1 方法提要

将试样溶于水，用坩埚式过滤器过滤，用水洗涤，使试样的主体与滤渣完全分离、烘干、称量，计算不溶物含量。

4.5.2 试剂和材料

氯化钡(GB/T 652)溶液：10g/L。

4.5.3 仪器、设备

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

4.5.4 分析步骤

称取约 20g 研磨后的试样(精确至 0.01g)，置于 250mL 烧杯中，加入 150mL 沸水，搅拌溶解，用于 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干至恒重的坩埚式过滤器过滤，用沸水洗涤残渣至滤液不含 SO_4^{2-} ，(用氯化钡溶液检查)。将坩埚于 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干至恒重。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_3 按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

式中： m_1 ——坩埚式过滤器的质量，g；

m_2 ——干燥后坩埚式过滤器与水不溶物的质量，g；

m ——试料的质量，g。

4.5.6 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%。

4.6 水分的测定

4.6.1 方法提要

在一定的温度和真空度下,将试样烘干,测定试样减少的质量。

4.6.2 仪器、设备

4.6.2.1 真空干燥箱:能控制在 $35 \pm 2^\circ\text{C}$,真空度为 $80 \sim 93\text{kPa}$ ($1\text{mm Hg} = 133.322\text{Pa}$);

4.6.2.2 称量瓶: $\phi 50\text{mm} \times 30\text{mm}$;

4.6.2.3 试验筛(GB 6003):R40/3 系列 $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}/355\mu\text{m}$, $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}/250\mu\text{m}$ 。

4.6.3 分析步骤

将试样研磨,用孔径为 $355\mu\text{m}$ 和 $250\mu\text{m}$ 的试验筛过筛,用预先在 $35 \pm 2^\circ\text{C}$ 、真空度为 $80 \sim 93\text{kPa}$ 下恒重的称量瓶称量约 5g 粒径在 $250 \sim 355\mu\text{m}$ 的试样(精确至 0.000 2g),置于真空干燥箱中,于 $35 \pm 2^\circ\text{C}$ 、真空度为 $80 \sim 93\text{kPa}$ 下干燥 1h,称量。

4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m ——干燥前试料的质量, g;

m_1 ——干燥后试料的质量, g。

4.6.5 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 工业硫酸铝钾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硫酸铝钾产品都符合本标准的要求。每批出厂的硫酸铝钾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、等级、净重、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硫酸铝钾产品进行验收。

5.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时,用采样勺拨开物料表面,取出有代表性试样,不少于 50g。将所采样品充分混匀,用四分法缩分至约 500g,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中,密封。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,应重新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 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 工业硫酸铝钾包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 工业硫酸铝钾的包装:块状硫酸铝钾采用单层包装,采用 GB 8947 规定的 B 型复合塑料编织袋

GB 8946 规定的塑料编织袋,规格尺寸:900×550mm,其性能和检验方法应符合 GB 8946 的规定。

工业硫酸铝钾包装时,将内袋热合,或扎口后,将塑料编织袋缝合。距袋上端边 15mm 处来回缝合二道,针距 6~7mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳针现象。工业硫酸铝钾每袋净重 50kg。

6.3 工业硫酸铝钾在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮、受热,不得与有毒、有害、有色、易染物质混运,防止污染。

6.4 工业硫酸铝钾应贮存在阴凉、干燥、通风的库房中,防止雨淋、受潮、日晒、受热、防止与有毒、有色、易染物质混贮,防止污染。

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。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、浙江平阳矾矿、安徽芦江矾矿负责起草。

本标准主要起草人刘淑英、叶学喜、周锡宝、徐经元、项善鸣。