

水处理剂 聚合硫酸铁

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚合硫酸铁产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、安全要求。

本标准适用于以硫酸亚铁和硫酸(包括硫酸酸洗废酸)为原料制得的液体聚合硫酸铁。该产品作为净水剂,可用于工业用水的预处理以及工业废水、城市污水、污泥的处理。

分子式: $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-\frac{n}{2}}]_m$

2 引用标准

- GB 190 危险货物包装标志
- GB 191 包装贮运图示标志
- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 实验室用水规格

3 技术要求

3.1 外观:红褐色液体,无沉淀。

3.2 聚合硫酸铁应符合表1要求。

表 1

指 标 名 称	指 标	
	一 等 品	合 格 品
密度, g/cm ³ (20℃) \geq	1.45	1.33
全铁含量, % \geq	11.0	9.0
还原性物质(以 Fe ²⁺ 计)含量, % \leq	0.10	0.20
盐基度, % \geq	12.0	8.0
pH(1%水溶液)	2.0~3.0	2.0~3.0

4 试验方法

试验方法中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和符合 GB 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 603 之规定制备。

4.1 密度的测定(密度计法)

4.1.1 方法提要

由密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

中华人民共和国化学工业部 1991-09-16 批准

1992-01-01 实施

4.1.2 仪器、设备

4.1.2.1 密度计:刻度值为 0.001 g/cm^3 ;4.1.2.2 恒温水浴:可控制温度 $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$;4.1.2.3 温度计:分度值为 1°C ;

4.1.2.4 量筒:250~500mL。

4.1.3 测定步骤

将聚合硫酸铁试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡。将量筒置于 $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,待温度恒定后,将密度计缓缓地放入试样中,待密度计在试样中稳定后,读出密度计弯月面下缘的刻度(标有读弯月面上缘刻度的密度计除外),即为 20°C 试样的密度。

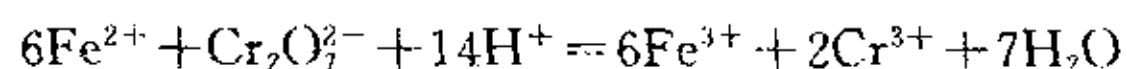
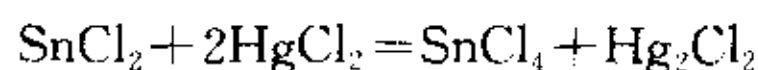
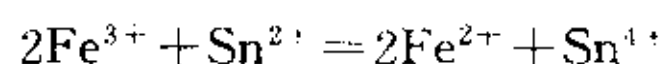
4.2 全铁含量的测定

4.2.1 重铬酸钾法

4.2.1.1 方法提要

在酸性溶液中,用氯化亚锡将三价铁还原为二价铁,过量的氯化亚锡用氯化汞予以除去,然后用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



4.2.1.2 试剂和溶液

a. 氯化亚锡(GB 638)溶液:250g/L 盐酸溶液;

称取 25.0g 氯化亚锡置于干燥的烧杯中,溶于 20mL 盐酸(GB 622),冷却后稀释到 100mL,保存于棕色瓶中,加入高纯锡粒数颗。

b. 盐酸(GB 622)溶液:1+1 溶液;

c. 氯化汞(HG 3—1068)饱和溶液;

d. 硫-磷混酸;

将 150mL 硫酸(GB 625),溶于 500mL 水中,再加 150mL 磷酸(GB 1282),然后稀释到 1000mL。

e. 重铬酸钾(GB 642)标准滴定溶液: $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1\text{mol/L}$;

f. 二苯胺磺酸钠(HG 3—621)溶液:5g/L。

4.2.1.3 分析步骤

称取约 1.5g 试样,精确至 0.001g,置于 250mL 锥形瓶中,加水 20mL,加盐酸溶液(4.2.1.2.b) 20mL,加热至沸,趁热滴加氯化亚锡溶液(4.2.1.2.a)至溶液黄色消失,再过量一滴,快速冷却,加氯化汞溶液(4.2.1.2.c)5mL,摇匀后静置 1min,然后加水 50mL,再加入硫-磷混酸(4.2.1.2.d)10mL,二苯胺磺酸钠指示液(4.2.1.2.f)4~5 滴,用重铬酸钾标准滴定溶液(4.2.1.2.e)滴定至紫色(30s 不褪)即为终点。

4.2.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的全铁含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V \cdot c \times 0.05585}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中: V ——化学计量点时试样所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.05585 ——与 1.00mL 重铬酸钾的标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的, 以克表示的铁

的质量。

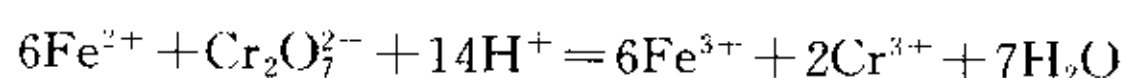
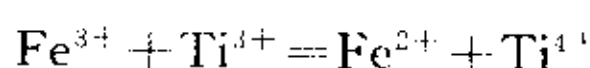
所得结果应表示至二位小数。

4.2.2 三氯化钛法

4.2.2.1 方法提要

在酸性溶液中,滴加三氯化钛溶液,将三价铁离子还原为二价,过量的三氯化钛进一步将钨酸钠指示液还原生成“钨蓝”,使溶液呈蓝色。在铜盐的催化下,借助水中的溶解氧,氧化过量的三氯化钛,待溶液的蓝色消失后,即以二苯胺磺酸钠为指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



4.2.2.2 试剂和溶液

- a. 盐酸(GB 622)溶液:1+1 溶液;
- b. 硫酸(GB 625)溶液:1+1 溶液;
- c. 磷酸(GB 1282)溶液:15+85 溶液;
- d. 硫酸铜(GB 665)溶液:5g/L;
- e. 三氯化钛溶液:量取 25mL 15% 的三氯化钛溶液,加入 20mL 盐酸(GB 622),用水稀释至 100mL,混匀,贮于棕色瓶中,溶液上面加一薄层液体石蜡保护,可用 15d 左右。
- f. 钨酸钠溶液:25g/L,称取 2.5g 钨酸钠,溶解于 70mL 水中,加入 7mL 磷酸(GB 1282),冷却后用水稀释至 100mL,混匀,贮于棕色瓶中;
- g. 重铬酸钾(GB 642)标准滴定溶液: $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.015\text{mol/L}$;
- h. 二苯胺磺酸钠溶液(同 4.2.1.2.f)。

4.2.2.3 分析步骤

称取约 0.2~0.3g 试样,精确至 0.0001g,置于 250mL 锥形瓶中,加盐酸溶液(4.2.2.2a)10mL,硫酸溶液(4.2.2.2b)10mL 和钨酸钠指示液(4.2.2.2f)1mL。在不断摇动下,逐滴加入三氯化钛溶液(4.2.2.2e)直至溶液刚好出现蓝色为止。用水冲洗锥形瓶内壁,并稀释至约 150mL,加入 2 滴硫酸铜溶液(4.2.2.2d),充分摇动,待溶液的蓝色消失后,加入磷酸溶液(4.2.2.2c)10mL 和 2 滴二苯胺磺酸钠指示液(4.2.2.2h),立即用重铬酸钾标准滴定溶液(4.2.2.2g)滴定至紫色(30s 不褪)即为终点。

4.2.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的全铁含量 X_2 按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{V \cdot c \times 0.05585}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V —— 化学计量点时试样所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c —— 重铬酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m —— 试样的质量, g;

0.05585 —— 与 1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的, 以克表示的铁的质量。

所得结果应表示至二位小数。

4.2.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果;

平行测定两结果的绝对差值不大于 0.1%;

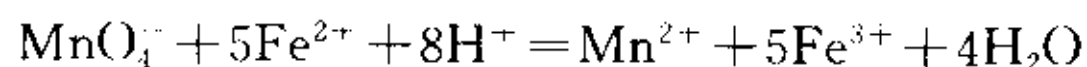
不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

4.3 还原性物质(以 Fe^{2+} 计)含量的测定

4.3.1 方法提要

在酸性溶液中用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为：



4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 硫酸(GB 625)；

4.3.2.2 磷酸(GB 1282)；

4.3.2.3 高锰酸钾(GB 643)标准滴定溶液： $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.1\text{mol/L}$ ；

4.3.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液：将 4.3.2.3 的高锰酸钾标准滴定溶液稀释 10 倍，随用随配，当天使用。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 微量滴定管，1mL。

4.3.4 分析步骤

称取约 5g 试样，精确至 0.001g，置于 250mL 锥形瓶中，加水 150mL，加入硫酸(GB 625)4mL，磷酸(GB 1282)4mL，摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液(4.3.2.4)滴定至微红色(30s 不褪)即为终点。同时作空白试验。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的还原性物质(以 Fe^{2+} 计)含量 X_3 按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.05585}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：V——化学计量点时试样所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液(4.3.2.4)的体积，mL。

V_0 ——化学计量点时空白所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液(4.3.2.4)的体积，mL。

c ——高锰酸钾标准滴定溶液(4.3.2.4)的浓度，mol/L；

m ——试样的质量，g；

0.05585——与 1.00mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的，以克表示的铁的质量。

所得结果应表示至二位小数。

4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果；

平行测定两结果的绝对差值不大于 0.01%；

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.4 盐基度测定

4.4.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液，再加氟化钾掩蔽铁，然后以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 盐酸(GB 622)溶液：1+3 溶液；

4.4.2.2 氢氧化钠(GB 629)溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液；

4.4.2.3 盐酸(GB 622)溶液： $c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液；

4.4.2.4 氟化钾(GB 1271)：500g/L 溶液。

称取 500g 氟化钾，以 200mL 不含二氧化碳的蒸馏水溶解后，稀释到 1000mL，加入 2mL 酚酞指示剂并用氢氧化钠溶液(4.4.2.2)或盐酸溶液(4.4.2.1)调节溶液至呈微红色，滤去不溶物后贮存于塑料瓶中。

4.4.2.5 氢氧化钠(GB 629): $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 标准滴定溶液;

4.4.2.6 酚酞(GB 10729): 10g/L 乙醇溶液。

4.4.3 分析步骤

称取约 1.5g 试样,精确至 0.001g ,置于 250mL 锥形瓶中,用移液管准确加入 25.00mL 盐酸溶液(4.4.2.3),加 20mL 煮沸后冷却的蒸馏水,摇匀,盖上表面皿。在室温下放置 10min ,再加入氟化钾溶液(4.4.2.4) 10mL ,摇匀,加 5 滴酚酞指示剂(4.4.2.6),立即用氢氧化钠标准滴定溶液(4.4.2.5)滴定至淡红色(30s 不褪)为终点。同时用煮沸后冷却的蒸馏水代替试样作空白试验。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的盐基度 X_5 按式(4)计算:

$$X_5 = \frac{\frac{(V_0 - V) \cdot c \times 0.0170}{17.0}}{\frac{m \cdot X_4}{18.62}} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V) \cdot c \times 0.01862}{m \cdot X_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_0 ——化学计量点时空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL ;

V ——化学计量点时试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL ;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L ;

m ——试样的质量, g ;

X_4 ——试样中三价铁的质量百分数, $X_4 = X_1 - X_3$ 或 $X_4 = X_2 - X_3$;

0.0170 ——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的,以克表示的羟基 (OH^-) 的质量。

18.62 ——铁 ($\frac{1}{3}\text{Fe}$) 的摩尔质量, g/mol 。

所得结果应表示至二位小数。

4.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果;

平行测定两结果的绝对差值不大于 0.2% ;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.5% 。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 试剂和溶液

4.5.1.1 $\text{pH}=4.00$ 的邻苯二甲酸氢钾 pH 值标准溶液;

4.5.1.2 $\text{pH}=6.86$ 的磷酸二氢钾-邻苯二甲酸氢钾 pH 值标准溶液。

4.5.2 仪器、设备

4.5.2.1 酸度计:精度 0.1pH ;

4.5.2.2 玻璃电极;

4.5.2.3 饱和甘汞电极。

4.5.3 测定步骤

4.5.3.1 试样溶液的制备

称取 1.0g 试样置于烧杯中,用水稀释,全部转移到 100mL 容量瓶中稀释到刻度,摇匀。

4.5.3.2 测定

用 $\text{pH}=4.00$ 、 $\text{pH}=6.86$ 的缓冲溶液定位后,将试样溶液(4.5.3.1)倒入烧杯,将饱和甘汞电极和玻璃电极浸入被测溶液中,至 pH 值稳定时(1min 内 pH 值的变化不大于 0.1)读数。

5 检验规则

5.1 聚合硫酸铁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。

5.2 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、等级、批号、生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明书及本标准编号。

5.3 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。

5.4 每一贮罐为一批,每批不少于10t。

5.5 取样时,用玻璃管或塑料管插入贮罐中2/3处取出样品。取出的样品不少于500mL,分别装入两个清洁、干燥的瓶中,密封瓶口,并在瓶上贴标签,注明生产厂名称、产品名称、产品批号、采样日期。一瓶由质量检验部门检验,另一瓶作为保留样品,以备查验,保留期六个月。

5.6 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,检验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品拒收。

5.7 当供需双方因产品质量发生异议时,可按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 聚合硫酸铁用玻璃钢槽车或内衬塑料桶的铁桶包装。

6.2 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、批号、净重、生产日期及本标准编号。

6.3 聚合硫酸铁具有腐蚀性,包装容器上应涂刷GB 190中规定的腐蚀性物品标志以及GB 191中规定的向上、怕热标志。

6.4 贮存时不要曝晒,贮存温度不低于-20℃,有效贮存期半年。

7 安全要求

聚合硫酸铁产品具有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应戴防护用具以避免身体直接接触。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院和杭州硫酸厂负责起草。

本标准主要起草人邵维仁、戴思严、朱传俊、单琪、赵继铭。