

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 800.1—92

水处理剂 固体聚合硫酸铁

1992-12-05 发布

1993-07-01 实施

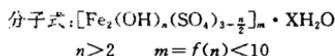
中华人民共和国冶金工业部 发布

水处理剂 固体聚合硫酸铁

1 主题内容与适用范围

本标准规定了固体聚合硫酸铁产品的主要技术指标、试验方法和检验规则以及包装、运输等要求。

本标准适用于以钢铁硫酸酸洗废液或硫酸与硫酸亚铁制得的固体聚合硫酸铁,该产品用作水处理混凝剂及污泥化学调理剂。



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 试验方法中所用试剂及制品的制备
 GB 4472 化工产品密度、相对密度测定通则
 GB 6678 化工产品采样总则
 GB 6689 固体化工产品采样通则
 HG₂ 884 有机合成离子交换树脂产品的型号

3 技术要求

3.1 外观:本产品为黄色无定型粉末,易溶于水。

3.2 固体聚合硫酸铁应符合下表要求:

指标名称	单位	指标
三价铁离子(Fe ³⁺)含量	%	19~20
二价铁离子(Fe ²⁺)含量	%	≤0.1
硫酸根离子(SO ₄ ²⁻)含量	%	42~50
碱化度(B)	%	8~12
稀盐酸不溶物	%	≤0.1

4 试验方法

当未注明其他要求时,本标准所用试剂和水均为分析纯试剂或相应纯度的水;所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,应按 GB 601、GB 602、GB 603 的规定制备。

4.1 三价铁离子的测定

4.1.1 原理

聚合硫酸铁在盐酸中解聚生成 Fe^{3+} ，用 $SnCl_2$ 还原为 Fe^{2+} ，过量的 $SnCl_2$ 用 $HgCl_2$ 氧化去除，然后在硫酸-磷酸介质中，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用 $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液滴定至溶液呈紫色为滴定终点。

4.1.2 试剂和溶液

4.1.2.1 盐酸(GB 622):1+1 溶液。

4.1.2.2 二氯化锡(GB 638):10% 溶液。

4.1.2.3 氯化汞(GB 638):饱和溶液。

4.1.2.4 硫酸(GB 625)-磷酸(GB 1282)混合溶液:按 150 mL 硫酸,150 mL 磷酸,加入 700 mL 水中配制。

4.1.2.5 重铬酸钾(GB 642):0.02 mol/L 标准溶液。

4.1.2.6 二苯胺磺酸钠(HG 22-1708):0.4% 溶液。

4.1.3 仪器设备

一般实验室仪器设备。

4.1.4 测定方法

4.1.4.1 试液的制备

准确称取 10 g 样品,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 1+1 盐酸 10 mL、100 mL 水,加热溶解。将溶液冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。

4.1.4.2 测定

准确移取 10 mL 制备好的试液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 1+1 盐酸 10 mL 加热至 70°C,趁热滴加 10% 二氯化锡溶液至黄色褪尽,并过量两滴,用水冷却至室温。加入 15 mL 饱和氯化汞溶液,出现白色沉淀,再加入 10 mL 硫酸-磷酸混酸,滴加 5 滴 0.4% 二苯胺磺酸钠指示剂,用 0.02 mol/L 重铬酸钾标准溶液滴定至紫色。

4.1.5 测定结果计算

三价铁离子含量 X_1 按公式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V \times N \times 55.85 \times 6}{G \times \frac{V_1}{250} \times 1000} \times 100 - X_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:V—重铬酸钾标准溶液之用量,mL;

N—重铬酸钾标准溶液的浓度,mol/L;

V_1 —试样取样体积,mL;

G—试样的质量,g;

X_1 —试样中三价铁离子浓度,%;

X_2 —试样中二价铁离子浓度,%。

4.1.6 精密度

同一实验室内平行测定两结果之差不大于 1%。

4.2 二价铁离子的测定

4.2.1 原理

在硫酸-磷酸混酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用 0.001 mol/L 重铬酸钾标准溶液滴定至溶液呈紫色为滴定终点。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 硫酸(GB 625)-磷酸(GB 1282)混合溶液:按 150 mL 硫酸,150 mL 磷酸,加入 700 mL 水中配制。

4.2.2.2 重铬酸钾(GB 642):0.001 mol/L 标准溶液。

4.2.2.3 二苯胺磺酸钠(HG 22-1708):0.4%溶液。

4.2.3 仪器设备

一般实验室仪器设备。

4.2.4 测定

准确移取 25 mL 按本标准 4.1.4.1 条制备的试样,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 硫酸-磷酸混酸、30 mL 水、摇匀。滴加 5 滴 0.4% 二苯胺磺酸钠指示剂,用 0.001 mol/L 重铬酸钾标准溶液滴定至紫色。

4.2.5 测定结果计算

二价铁离子 X_2 含量按公式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V \times N \times 55.85 \times 6}{G \times \frac{V_2}{250} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:V——重铬酸钾标准溶液之用量,mL;

N——重铬酸钾标准溶液浓度,mol/L;

V_2 ——试样取样体积,mL;

G——试样质量,g;

X_2 ——试样中二价铁离子浓度,%。

4.2.6 精密度

同一实验室内平行测定两结果之差不大于 2%。

4.3 硫酸根离子的测定

4.3.1 原理

聚合硫酸铁在盐酸中解聚生成 Fe^{3+} ,通过氢型阳离子树脂可除去 Fe^{3+} 和其他阳离子。在流出液中准确加入过量的 $BaCl_2$ 溶液,用铬黑 T 为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液呈蓝色为滴定终点。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 盐酸(GB 622):0.5 mol/L 溶液。

4.3.2.2 氯化钡(GB 652):5%溶液。

4.3.2.3 甲基红(HG 3-958):1%溶液。

4.3.2.4 氨水(GB 631):4 mol/L 溶液。

4.3.2.5 氯化胺(GB 658)-氨水(GB 631)混合溶液:量取 290 mL 氨水,加 35 g 氯化胺,用水稀释至 500.00 mL。

4.3.2.6 铬黑 T(HG 10-2372)-氯化钠(GB 1253)混合指示剂:称取 1 g 铬黑 T,加入 100 g 氯化钠混匀、研细。

4.3.2.7 EDTA(GB 1401):0.1 mol/L 标准溶液。

4.3.2.8 氢氧化钠(GB 629):8%溶液。

4.3.2.9 氯化钠(GB 1253):饱和溶液。

4.3.2.10 氢型阳离子树脂:用 3 倍于树脂体积的饱和氯化钠溶液浸泡 001×7 型阳离子树脂 24 h,滤去溶液,用水洗涤 2~3 次,再用 7% HCl 溶液浸泡 24 h,除去 HCl 溶液,用水洗至 pH>4;然后用 8% NaOH 溶液浸泡 24 h,除去 NaOH 溶液,用水洗至 pH<10,用水浸泡备用。

4.3.3 仪器设备

一般实验室仪器设备。

4.3.4 测定方法

4.3.4.1 离子交换柱填充

将准备好的氢型阳离子树脂装入 $\phi 1.2$ cm的玻璃管树脂柱中,使树脂层高度为15 cm,随后用500 mL 7%的HCl溶液以1 mL/min的流速通过树脂柱,再用30 mL水淋洗。

4.3.4.2 试液的制备

准确移取10 mL按本标准第4.1.4.1条制备的试样置于100 mL烧杯中,加入4 mL 0.5 mol/L HCl溶液,5 mL水混合均匀后以1 mL/min的流速通过离子交换柱,并每次用5 mL水洗烧杯2~3次,洗涤水也以同样的流速通过离子交换柱,再用水以相同速度淋洗树脂柱,至流出液体积约为100 mL时,用小试管收集0.5 mL淋洗液,加入5% BaCl₂溶液检查硫酸根离子,如有白色沉淀出现则继续用水淋洗,直至用5% BaCl₂溶液检查不出硫酸根离子为止。用250 mL锥形瓶收集全部流出液。

4.3.4.3 测定

准确移取15 mL 5%的BaCl₂溶液加入到收集全部流出液的250 mL锥形瓶中,剧烈摇动锥形瓶2 min后静置5 min,加入1%甲基红指示剂1滴,用4 mol/L NH₄OH中和至溶液为黄色,然后加入10 mL pH=10的缓冲液和lg 铬黑T混合指示剂,用0.1 mol/L的EDTA标准溶液滴至溶液呈蓝色为滴定终点。同时作空白试验。

4.3.5 测定结果计算

硫酸根离子含量 X_3 按公式(3)计算:

$$X_3 = \frac{M \times (V_2 - V_1)}{G \times \frac{V_3}{250} \times 1000} \times 96 \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: V_1 ——试样EDTA标准溶液的用量,mL;

V_2 ——空白试验EDTA标准溶液的用量,mL;

M ——EDTA标准溶液浓度,mol/L;

V_3 ——取样体积,mL;

G ——试样质量,g;

X_3 ——试样中硫酸根离子浓度,%。

4.3.6 精密度

同一实验室内平行测定两结果之差不大于5%。

4.4 碱化度的测定

4.4.1 原理

样品中OH⁻的当量浓度和Fe³⁺的当量浓度的百分比称为碱化度。在Fe³⁺浓度已知后,测定样品中OH⁻浓度就可以计算出碱化度B。

准确加入一定量的0.5 mol/L HCl溶液解聚聚合硫酸铁后,用KF和Fe生成K_xFeF_(3+x)白色氟铁络合物沉淀,以酚酞作指示剂,用标准氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色为滴定终点。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 盐酸(GB 622):0.5 mol/L溶液。

4.4.2.2 氟化钾(GB 1271):70%溶液。

4.4.2.3 酚酞(HG 3039)指示剂:1%乙醇溶液。

4.4.2.4 氢氧化钠(GB 629):0.2 mol/L标准溶液。

4.4.3 仪器设备

一般实验室仪器设备。

4.4.4 测定

准确称取0.8 g试样,称准至0.001 g,置于250 mL锥形瓶中,准确加入8 mL 0.5 mol/L HCl溶液,充分摇动溶液使反应完全。再加入10 mL水、15 mL 70% KF溶液,充分振荡后静置5 min,加入1%酚酞指示剂2滴,用0.2 mol/L NaOH标准溶液滴定至溶液为粉红色,并保持30 s不褪色为滴定终点。同时

作空白试验。

4.4.5 测定结果计算

碱化度 X_4 按公式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V_3 - V_2) \times M}{3 \times \frac{G}{55.85}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_2 ——氢氧化钠标准溶液的用量, mL;

V_3 ——空白试验氢氧化钠标准溶液的用量, mL;

M ——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

X_1 ——试样三价铁离子的百分浓度, %;

G ——试样质量, g;

X_4 ——试样碱化度, %。

4.4.6 精密度

同一实验室内平行测定两结果之差不大于 5%。

4.5 稀盐酸不溶物的测定

4.5.1 原理

试样溶于热稀盐酸中, 将不溶物过滤、洗涤、干燥并称量。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 盐酸(GB 622): 2+98 溶液。

4.5.2.2 氯化钡(GB 652): 5% 溶液。

4.5.3 仪器设备

4.5.3.1 一般实验室仪器设备。

4.5.3.2 耐酸玻璃滤过漏斗, G_4 型, $\phi 40$ mm。

4.5.4 测定方法

4.5.4.1 准备滤过漏斗

取 40 mm 的 G_4 型耐酸玻璃滤过漏斗, 用 10% 盐酸溶液浸泡 24 h 后, 用水洗净, 置于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱内干燥至恒重。再将其装置于抽滤瓶上, 待用。

4.5.4.2 测定

准确称取 50 g 试样, 称至 0.01 g, 置于 500 mL 烧杯中, 加入 2+98 盐酸 200 mL, 盖以表面皿, 在 100°C 水浴上加热 1 h。

用准备好的滤过漏斗过滤, 用热的 2+98 的稀盐酸 100 mL 洗涤不溶物, 再用热水洗涤不溶物, 直至流出液用 5% 氯化钡溶液检验不出硫酸根离子为止。

将带有不溶物的耐酸玻璃滤过漏斗置于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱内干燥至恒重。

4.5.5 测定结果计算

稀盐酸不溶物的百分含量 X_5 按公式(5)计算:

$$X_5 = \frac{G_3 - G_2}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: G_2 ——耐酸玻璃滤过漏斗质量, g;

G_3 ——耐酸玻璃滤过漏斗和稀盐酸不溶物的质量, g;

G ——试样质量, g;

X_5 ——试样稀盐酸不溶物含量, %。

4.5.6 精密度

同一实验室内平行测定两结果之差不大于 0.005%。

5 检验规则

5.1 固体聚合硫酸铁应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有的固体聚合硫酸铁都符合本标准的要求。

5.2 使用单位可按照本标准规定的技术要求、检验规则和试验方法检验所收到的固体聚合硫酸铁质量是否符合本标准的要求。

5.3 每批固体聚合硫酸铁的质量规定不超过 50 t。

5.4 取样方法:每批应由不少于 10% 的袋内采取试样,小批者不得少于 5 袋。取样时,将取样器在袋口由一边斜插至底边袋深 3/4 处,每袋采取约 100 g 试样。

将采取的试样收集到一处,经充分混合后,用四分法再分取不少于 500 g 的均匀试样,装于干净、干燥的塑料取样袋中。每袋取样袋内均附标签,标签上应注明生产厂名称、产品名称、批号、数量、取样日期和地点,供检查用。保留期 2 个月。

5.5 检验结果如有一项指标不符合技术要求时,应重新自两倍数量的包装中取样,重新检验。核验的结果,即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批固体聚合硫酸铁为不合格产品。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,应由仲裁单位按本标准进行仲裁解决。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 固体聚合硫酸铁用内衬塑料袋的塑料编织袋或内衬塑料袋的纸板桶包装。编织袋包装每袋净重 50 kg,纸板桶包装每桶净重 40 kg。

6.2 包装好的固体聚合硫酸铁的袋内或桶内应附有质量证明书。证明书内容包括生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、净重、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

6.3 包装袋或包装桶外应有明显、牢固的标志,其内容包括:生产厂名称、产品名称、毛重、净重、批号、商标和防潮标志。

6.4 包装好的固体聚合硫酸铁产品应贮存于干燥、清洁的仓库内。避免高温和阳光照射,以免失水影响使用效果。

6.5 运输时应有遮盖物,以免雨淋受潮,并不应与潮湿物品混合堆置。运输工具必须干燥、清洁。不得用钩状工具搬运塑料编织袋包装的固体聚合硫酸铁。

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部安全环保局提出。

本标准由冶金部建筑研究总院负责起草。

本标准主要起草人张英香、胡德录。

本标准水平等级标记 YB/T 800.1—92 I