

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 800.2—92

水 处 理 剂 液 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 液体聚合硫酸铁

1 主题内容与适用范围

本标准规定了液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液体聚合硫酸铁,该产品用作水处理混凝剂及污泥化学调理剂。

分子式: $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-\frac{n}{2}}]_m$
 $n > 2 \quad m = f(n) < 10$

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

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 6680 液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:本产品为棕褐色粘稠液体,无沉淀,稀释后溶液的 pH 值不得大于 3。

3.2 液体聚合硫酸铁应符合下表要求:

指 标 名 称	单 位	一 级 品	二 级 品
三价铁离子(Fe^{3+})含量	mol/L	≥ 3.00	≥ 2.50
二价铁离子(Fe^{2+})含量	mol/L	≤ 0.01	≤ 0.02
硫酸根离子(SO_4^{2-})含量	mol/L	3.60~4.30	3.60~4.30
碱 化 度(B)	%	10~12	8~10
粘 度(20℃)	S	11~15	11~15
密 度(20/20℃)	g/cm ³	1.4~1.5	1.3~1.4

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、试剂及制品,均按 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 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 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 测定程序

准确移取 0.5 mL 样品置于 250 mL 锥形瓶中,加入 1+1 盐酸 10 mL,加热至 70℃,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:

$$X_1 = \frac{V_1 \times N_1}{V_2} - X_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——重铬酸钾标准溶液之用量, mL;

N_1 ——重铬酸钾标准溶液浓度, mol/L;

V_2 ——试样取样体积, mL;

X_1 ——试样中三价铁离子浓度, mol/L;

X_2 ——试样中二价铁离子浓度, mol/L。

4.1.6 精密度

同一实验室内平行测定两结果之差不得大于 1%。

4.2 二价铁离子的测定

4.2.1 原理

在硫酸-磷酸介质中,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 测定程序

准确移取 5 mL 试样置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 硫酸-磷酸混酸、30 mL 水摇匀后滴加 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:

$$X_2 = \frac{V_1 \times N_2}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_1 ——重铬酸钾标准溶液之用量, mL;

N_2 ——重铬酸钾标准溶液浓度, mol/L;

V_2 ——试样取样体积, mL;

X_2 ——试样中二价铁离子浓度, mol/L。

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 001X7 型阳离子树脂 24 h, 洗去溶液, 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 测定程序

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 0.5 mL 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,再用水以同样速度淋洗树脂柱,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 1 g 铬黑 T 混合指示剂,用 0.1 mol/L 的 EDTA 标准溶液滴至溶液呈兰色为滴定终点。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:

$$X_3 = \frac{M \times (V_2 - V_1)}{V_3} \quad \dots\dots\dots (3)$$

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;

X_3 ——试样中硫酸根离子浓度, mol/L。

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 Fe³⁺ 生成 K₃FeF₆ 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 测定程序

准确移取 1 mL 试样置于 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:

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_2) \times M}{3 \times c \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_2 ——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 ——氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L;
 V_1 ——取样体积, mL;
 c ——试样三价铁离子浓度, mol/L;
 X_i ——试样的碱化度, %。

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 粘度的测定

4.5.1 仪器设备

4.5.1.1 粘度计: 涂-4 型粘度计。

4.5.1.2 计时器: 秒表。

4.5.2 测定方法

按粘度计的操作说明进行操作测定。

4.5.3 测定结果计算

粘度值按仪器测定值表示, S 。

4.5.4 精密度

同一实验室内平行测定两结果之差不大于 1%。

4.6 密度的测定

4.6.1 仪器设备

4.6.1.1 一般实验室仪器设备。

4.6.1.2 精密玻璃比重计。

4.6.2 测定方法

按比重计的操作规范进行操作测定。

4.6.3 结果的表示和计算

密度值按仪器测定值表示, g/cm^3 。

4.6.4 精密度

同一实验室内平行测定两结果之差不大于 0.1%。

5 检验规则

5.1 液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液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液体聚合硫酸铁质量是否符合本标准的要求。

5.3 每批液体聚合硫酸铁的重量规定不超过 10 t。

5.4 取样方法: 每生产一釜应取样不少于 200 mL, 分别保存。

将每批每次采取的试样按相同体积装入同一容器内, 经充分混合, 每批总试样体积不少于 500 mL。混合后的试样分别装入两个广口瓶内, 瓶口用胶带封住, 并贴标签, 标签上应注明生产厂名称、产品名称、批号和取样日期, 一份作检验用, 另一份作保留样品, 供查验。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, 应加倍取样, 重新检验。核验的结果, 仍有一项指标不符合本标准的要求, 则整批液体聚合硫酸铁判为不合格产品。

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 液体聚合硫酸铁用聚乙烯塑料桶包装或用专用槽罐散装。
- 6.2 每批产品应附有质量证明书。证明书内容包括生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。
- 6.3 本产品有一定的腐蚀性,包装容器上应涂刷 GB 20190 中规定的“图 18 腐蚀性品标志”。在运输过程中严格禁止撞击,以免破损泄漏。
- 6.4 用聚乙烯塑料桶包装好的产品可以长期贮存。贮存时应避免高温和阳光照射。

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 800.2—92 I