

# 制定《工业聚硫氯化铁》化工行业标准编制说明

(征求意见稿)

## 一、工作简况

### (一) 任务来源

#### 1、基本信息

根据“工信厅科函〔2021〕25号文《工业和信息化部办公厅关于印发2021年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》”的要求，2021年~2023年完成《工业聚硫氯化铁》化工行业标准的制定工作，计划编号为：2021-0026T-HG。本标准由常州清流环保科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等单位共同起草。本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会负责技术归口。

#### 2、简要情况

##### 1) 产品概况

产品名称：聚硫氯化铁 别名：聚氯硫酸铁

示性式： $\text{Fe}_4(\text{OH})_{n+m}(\text{SO}_4)_{3-n/2}\text{Cl}_{6-m}$   $0 < n < 2, 0 < m < 2$

产品性质：聚硫氯化铁为红褐色粘稠透明液体。

产品用途：该产品是一种新型无机高分子絮凝剂，具有适用范围广、易溶解、矾花密实、沉降快、脱色、脱臭，去除水中BOD、COD及重金属离子效果显著。用于生活饮用水及工业给水的净化处理。特别适用于锅炉烟气脱硫废水的净化处理。

##### 2) 生产方法

聚硫氯化铁的制备主要有直接氧化法和催化氧化法，大多数采用直接氧化法。直接氧化法工艺路线较简单，用于工业生产可以减少设备投资和生产环节，降低设备成本，但这种生产工艺必须依赖于氧化剂。催化氧化法一般是选用一种催化剂，利用氧气或空气氧化制备聚硫氯化铁。符合入厂要求的酸洗废硫酸，通入空气、用氯气调节产品中氯离子含量再经氧化聚合制得。

##### 3) 目的意义

工业聚硫氯化铁用于给水和污水处理时，混凝过程中所行程的矾花大，沉降快，除铁效果好，沉降污泥脱水性能好，无二次污染。本标准以客户要求为依据，设置对应的指标和要求，实施后对规范产品质量、指导企业提高生产水平、优化产业结构、满足国内外用户的使用具有十分重要的意义，同时对无机化工标准体系还可以起到进一步补充完善的作用。

### (二) 主要工作过程

#### 1、起草阶段（2021.12~2022.6）

##### 1) 起草工作组

由天津院、常州清流环保科技有限公司等单位组成起草标准工作组。

##### 2) 分工情况

天津院主要负责资料收集、编写文献小结、召开标准工作方案会、数据统计、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。其他单位主要负责试验方法验证及数据累积工作。

##### 3) 调查研究过程

天津院接到上级部门下达的制定标准计划，于 2021 年 10 月～2022 年 1 月进行了调研及资料准备工作。首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向生产、使用单位发函进行调查，广泛征求对标准修订工作的意见，在此基础上提出了文献小结。2022 年 2 月 24 日通过腾讯会议在线召开了标准工作方案会，参加会议企业，会上就各产能、生产工艺、产品质量和用户使用情况进行了介绍。与会代表就此标准的指标项目和指标参数、分析方法及检验规则、包装、贮存、运输等内容进行了深入、细致的讨论，提出了工作方案，并对各项工作任务及工作进度做了详细的安排。

#### 4) 验证过程

起草工作组成员针对天津院提出的试验验证方案，进行了试验验证。

### 2、标准征求意见阶段（2023.1～2023.2）

#### 1) 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上，由负责起草单位对工作组讨论稿进行了进一步的讨论和修改，其后提出标准草案征求意见稿及编制说明。于 2022 年 6 月开始向无机化工分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了电子文件征求意见稿及编制说明，并在天津院官网上（[www.trici.com.cn](http://www.trici.com.cn)）公开征求意见。

#### 2) 意见汇总反馈与处理

## 二、制定标准的原则和依据

### 1 制标原则

- 1) 积极采用国际标准和国外先进标准的原则；
- 2) 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
- 3) 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4) 符合用户要求，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
- 5) 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

### 2 制标依据

- 1) 标准指标及分析方法（见附表 1）；
- 2) 用户要求；
- 3) 生产厂家质量月报（见附表 2）；
- 4) 生产厂家试验验证数据（见表 2 至以后各表）。

## 三、国内外标准概况

目前未收集到工业聚硫氯化铁相关的国外标准，国内有部分企业标准可以查询到。

本标准针对废酸回收生产的聚硫氯化铁产品，本标准的主要参考依据目前实际生产情况和用于污水、工业废水处理用的聚氯化铁、聚合硫酸铁产品的指标及分析方法。

## 四、标准制定主要内容及确定依据

根据 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本品属第 8 类腐蚀性物质，本次制定在标准正文之前给出警示语如下：

按 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本产品属第 8 类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。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。

本标准范围确定为：

本文件规定了工业聚硫氯化铁的要求、试验方法、检验规则、标签、标志和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于废酸预处理后生产的工业聚硫氯化铁。

注：该产品主要用作工业污（废）水、污泥处理处置，禁止用于生活饮用水处理。

3.1 外观：红褐色粘稠透明液体。

3.2 指标项目的确定

在指标项目设置时主要从以下几个方面考虑：1）由废酸带入的影响纯度的杂质；2）对污水、工业水处理产生不利影响的杂质；3）生产过程中带来的杂质。

砷、铅、镉、汞、铬、锌和镍元素、氨态氮、总有机碳（TOC）为影响产品应用的杂质元素，应该严格控制。

本产品是复合盐，含有硫酸根和氯离子，铁水解后可产生多种高价和多核络合离子，对水中悬浮的胶体颗粒进行电性中和，降低电位，促使离子相互凝聚，并产生吸附、架桥交联等作用，促使悬浮粒子发生凝聚并沉淀，从而将污水、废水净化。产品的应用性能与硫酸根和氯离子的含量、比例没有关系，因此标准中不做要求，只对盐基度进行限定。

3.3 指标要求的确定

本标准在指标要求方面主要参考企业实际生产情况，各指标设置如下表。

表 1 本次制定标准确定各项指标要求

项 目	指 标
全铁（Fe）w/%	≥ 8.0
还原性物质（以Fe计）w/%	≤ 0.2
盐基度w/%	5.0~16.0
密度(20℃)，g/cm <sup>3</sup>	≥ 1.20
不溶物 w/%	≤ 0.3 <sup>a</sup>
氨态氮（N）w/%	≤ 0.05 <sup>a</sup>
砷（As）w/%	≤ 0.0005 <sup>a</sup>
铅（Pb）w/%	≤ 0.002 <sup>a</sup>
镉（Cd）w/%	≤ 0.0005 <sup>a</sup>
汞（Hg）w/%	≤ 0.00005 <sup>a</sup>
铬（Cr）w/%	≤ 0.005 <sup>a</sup>
锌（Zn）w/%	≤ 0.05 <sup>a</sup>
镍（Ni）w/%	≤ 0.005 <sup>a</sup>
总有机碳（TOC）（以C计）/（mg/L）	≤ 500 <sup>a</sup>
a 不溶物、氨态氮（N）、砷（As）、锌（Zn）、铅（Pb）、镉（Cd）、汞（Hg）、铬（Cr）、镍（Ni）、总有机碳（TOC）	

机碳（TOC）的指标均按全铁质量分数为8%计算，当全铁质量分数 $\neq$ 8%时，应将实际含量折算成全铁质量分数为8%产品比例，计算出相应的质量分数。

本次制定标准各项目确定的试验方法见附表 1。

#### 4.1 全铁含量的测定

在酸性条件下，试样溶液加入大量的氯化亚锡，将溶液中的三价铁完全还原为二价铁，过量的氯化亚锡用氯化汞除去，再用重铬酸钾标准溶液滴定二价铁，得到溶液中全铁含量。该方法（重铬酸钾发）应用于多种铁盐的全铁含量的测定。

表 2 全铁回收试验结果

项目 试样	所取样品的全 铁含量 (mg)	添加标准铁量 (mg)	理论值 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)
1#	67.96	66.3	134.26	134.8	100.8
		132.6	200.56	200.69	100.1
		99.45	167.41	167.27	99.86
2#	33.39	33.15	66.54	66.45	99.87
		66.3	99.69	98.83	99.14
		99.45	132.84	131.06	99.11

#### 4.2 还原性物质含量的测定

溶液中的亚铁和其他还原性物质，用高锰酸钾标准溶液滴定，以高锰酸钾自身作为指示剂。

#### 4.3 盐基度的测定

在试样中加入定量盐酸溶液，以氟化钾掩蔽铁离子，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

表 3 盐基度的测定结果

试样	盐基度测定值 (%)				平均值 (%)	标准偏差 $\delta_{n-1}$
1#	12.02	11.99	12.07	11.98	12.02	0.04
2#	12.90	12.88	12.94	12.95	12.92	0.033
3#	6.76	6.80	6.77	6.79	6.78	0.038
4#	9.29	9.2	9.19	9.31	9.24	0.062

#### 4.4 密度

引用了 GB/T 4472—2011《化工产品密度、相对密度的测定》中密度计法对试样进行测定。

#### 4.5 不溶物

采用重量法测定，试样用热水稀释后，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，确定不溶物的含量。不溶物含量 8 平行测定结果列于下表。

表 4 不溶物 8 平行测定结果

项目	不溶物测定结果 w/%（结果保留至小数点后 2 位）								平均值	标准偏差	相对标准偏差/%
测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8			
样品 1	0.12	0.11	0.13	0.12	0.11	0.13	0.12	0.12	0.12	0.0067	5.58
样品 2	0.18	0.21	0.19	0.18	0.18	0.19	0.19	0.18	0.1875	0.016	8.53

从 8 平行测定结果确定本方法允许差定为绝对差值不大于 %。

#### 4.6 氨态氮

本方法蒸馏部分参考了 GB/T 23773 无机化工产品中铵含量测定的通用方法 纳氏试剂比色法，定量部分参考了 GB/T 23952 无机化工产品中总氮含量测定的通用方法 蒸馏-酸碱滴定法。也可采用适合的定氮蒸馏仪。

#### 4.7 砷含量的测定

砷含量测定采用了原子荧光法进行测定。试样经加酸处理后，称取、定容、分取至适当量用于测定，加入硫脲和抗坏血酸使五价砷预还原为三价砷，再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢，由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷，在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在固定条件下与被测溶液中的砷浓度成正比，与标准系列比较定量。

表 5 砷含量 8 平行测定结果

项目	砷含量测定结果 mg/kg								平均值	标准偏差	相对标准偏差/%
测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8			
样品 1	0.13	0.12	0.13	0.13	0.14	0.13	0.12	0.13	0.12875	0.00838	6.5
样品 2	0.08	0.07	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.07	0.0775	0.00408	0.52

#### 4.8 铅、镉含量的测定

铅含量和镉含量的测定采用原子吸收分光光度法，考虑到两元素的检出限，将试样溶液中的铅和镉与碘结合后，利用 4-甲基-2-戊酮（MIBK）萃取，直接测定有机相中富集的铅和镉的浓度。由于是有机相的测定，观测高度应进行对应调整。

表 6 铅含量和镉含量原子吸收分光光度法标准曲线线性数据

杂质元素	吸光度 A			标准曲线方程	线性相关系数
	1.5	3	4.5		
铅	0.0856	0.169	0.251	y=0.0553x+0.0027	0.9992
镉	0.111	0.176	0.241	y=0.4327x+0.0466	0.9996

表 7 铅含量和镉含量原子吸收分光光度法 8 平行数据

杂质元素	样品测定结果 mg/kg								平均值	标准偏差	相对标准偏差
	1	2	3	4	5	6	7	8			
铅	1.2	1.3	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.3	1.225	0.0175	1.42

镉	0.003	0.003	0.003	0.004	0.003	0.003	0.004	0.003	0.00325	0.000175	5.38
---	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	---------	----------	------

表 8 铅含量和镉含量原子吸收分光光度法加入回收数据

杂质 元素	本底含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标后含量 (mg/kg)	加标回收率 (%)
铅	0.85	1.0	1.83	98
镉	0.003	0.1	0.096	93

#### 4.9 汞含量的测定

标准中汞含量与砷一致，采用了原子荧光光谱法。试样经酸加热消解后，在酸性介质中，试样中的汞被硼氢化钾（KBH<sub>4</sub>）还原成原子态汞，由载气（氩气）带入原子器中，在特制汞空心阴极灯照射下，基态汞原子被激发至高能态，在去活化到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与汞含量成正比，与标准系列比较定量。

表 9 汞含量 8 平行测定结果

项目	汞含量测定结果 mg/kg								平均值	标准偏差	相对标准偏差 /%
测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8			
样品 1	0.003	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003	0.002	0.003	0.00275	0.00175	6.36
样品 2	0.004	0.004	0.003	0.004	0.003	0.004	0.004	0.004	0.00375	0.00175	4.66

#### 4.10 铬含量的测定

本标准采用石墨炉原子吸收光谱法，在波长 429.0 nm 处测定铬原子的吸光度，求出铬含量。

表 10 铬含量 8 平行测定结果（单位：μg/kg）

元素	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	标准偏差	相对标准偏差
铬	23.2	24.6	24.3	23.8	24.2	23.8	24.1	24.2	24.025	0.16	0.67

表 11 铬含量加入回收数据

杂质 元素	本底含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标后含量 (mg/kg)	加标回收率 (%)	加标量 (mg/kg)	加标后含量 (mg/kg)	加标回收率 (%)
铬	15	5	19.6	92	10	24.3	93

#### 4.11 锌含量、镍含量的测定

表12 锌含量、镍含量8平行测定结果（w%）

元素	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	标准偏差	相对标准偏差
锌	0.013	0.014	0.013	0.013	0.014	0.013	0.014	0.014	0.0135	0.0002	1.49
镍	0.0026	0.0024	0.0026	0.0024	0.0025	0.00024	0.00026	0.0025	0.0025	0.000035	1.40

表13 锌含量、镍含量加入回收数据

杂质	本底含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标后含量 (mg/kg)	加标回收率 (%)
----	--------------	-------------	---------------	-----------

元素				
锌	0.64	0.2	0.845	92.5
镍	0.13	0.2	0.33	100

#### 4.12 总有机碳（TOC）的测定

本标准采用有机碳测定仪，样品到燃烧炉高温区，样品中总有机碳在催化剂和氧气氛围中被分解为二氧化碳。产生的二氧化碳通过干燥单元干燥后被输送到是非色散红外检测器检测。使用标准曲线法测定样品中的总碳含量和无机碳含量。总有机碳（TOC）等于总碳（TC）减去无机碳（IC）。

本标准规定的所有检验项目为出厂检验项目，应逐批检验。

每批产品不超过 40 t。

根据产品性质，包装上应标识 GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标签。

工业聚硫氯化铁为液体产品，采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净质量 25 Kg、50 Kg 或 200 Kg（或按客户要求包装）。采用双层桶盖，内盖扣严，外盖旋紧。用户需要时，聚硫氯化铁也可用贮罐车装运。

## 五、水平分析

本标准参考国内相关产品标准，结合电镀用户的要求，设置了指标要求和分析方法。指标要求进行了合理分等分级，指标项目设置齐全，指标要求满足下游客户的使用要求。试验方法均采用常规、经典方法，经验证测定结果准确可靠，适合工厂分析要求。

综上所述，本标准达到国内先进水平。

附表 1:

标准指标及分析方法表

项 目	指 标	试验方法
全铁 (Fe) w/% $\geq$	8.0	氧化还原滴定法
还原性物质 (以Fe计) w/% $\leq$	0.2	氧化还原滴定法
盐基度 w/%	5.0~16.0	酸碱滴定法
密度(20 ℃), g/cm <sup>3</sup> $\geq$	1.20	密度计法
不溶物 w/% $\leq$	0.3 <sup>a</sup>	重量法
氨态氮 (N) w/% $\leq$	0.05 <sup>a</sup>	蒸馏-酸碱滴定法
砷 (As) w/% $\leq$	0.0005 <sup>a</sup>	原子荧光光度法
铅 (Pb) w/% $\leq$	0.002 <sup>a</sup>	萃取-原子吸收分光光度法
镉 (Cd) w/% $\leq$	0.0005 <sup>a</sup>	萃取-原子吸收分光光度法
汞 (Hg) w/% $\leq$	0.00005 <sup>a</sup>	原子荧光光度法
铬 (Cr) w/% $\leq$	0.005 <sup>a</sup>	石墨炉原子吸收分光光度法
锌 (Zn) w/% $\leq$	0.05 <sup>a</sup>	原子吸收分光光度法
镍 (Ni) w/% $\leq$	0.005 <sup>a</sup>	原子吸收分光光度法
总有机碳 (TOC) (以C计) / (mg/L) $\leq$	500 <sup>a</sup>	总有机碳测定仪
a 不溶物、氨态氮 (N)、砷 (As)、锌 (Zn)、铅 (Pb)、镉 (Cd)、汞 (Hg)、铬 (Cr)、镍 (Ni)、总有机碳 (TOC) 的指标均按全铁质量分数为8%计算, 当全铁质量分数 $\neq$ 8%时, 应将实际含量折算成全铁质量分数为8%产品比例, 计算出相应的质量分数。		



附表 2：质量月报

聚硫氯化铁质量月报

批号/月份	全铁%	还原性物质%	盐基度%	密度 (20 ℃), g/cm <sup>3</sup>	不溶物%	氨态氮 (N) %	砷%	铅%	镉%	汞%	铬%	锌%	镍%	总有机碳 (TOC)(以 C 计)
指标	≥8.0	≤0.2	5.0~16.0	≥1.20	≤0.3	≤0.05	≤0.0005	≤0.002	≤0.0005	≤0.00005	≤0.005	≤0.05	≤0.005	≤500
210203	8.64	0.002	5.12	1.264	0.13	0.0065	0.00003	0.00003	0.00001	0.000002	0.0008	0.0156	0.0012	136
210406	8.21	0.002	6.54	1.312	0.12	0.012	0.00013	0.00002	0.00001	0.000002	0.0016	0.023	0.00008	213
210516	8.359	0.002	6.32	12.264	0.08	0.0082	0.000064	0.0001	0.00001	0.0000003	0.00025	0.0461	0.0010	124
210621	8.64	0.002	6.57	1.254	0.03	0.014	0.00012	0.00005	0.00001	0.000001	0.0034	0.032	0.0032	136
210826	9.46	0.002	5.34	1.231	0.05	0.023	0.00003	0.00002	0.00001	0.000003	0.0009	0.015	0.0012	156
220308	9.21	0.002	5.64	1.254	0.06	0.016	0.0001	0.00002	0.00002	0.000002	0.0016	0.036	0.0024	189
220609	8.64	0.002	5.24	1.232	0.08	0.014	0.00024	0.00001	0.00002	0.000002	0.0028	0.037	0.0026	135
220723	8.13	0.002	5.21	1.224	0.05	0.0065	0.00013	0.00015	0.00003	0.000001	0.0034	0.045	0.0021	203
220924	8.56	0.002	6.98	1.256	0.06	0.0085	0.00012	0.0002	0.00001	0.000002	0.0025	0.024	0.0013	125
221021	8.21	0.002	8.24	1.278	0.13	0.0075	0.000084	0.00005	0.000001	0.000002	0.0015	0.016	0.0006	243
221113	8.34	0.002	9.26	1.234	0.06	0.0065	0.000124	0.00002	0.00002	0.000001	0.003	0.024	0.0012	164
221214	8.21	0.002	5.21	1.235	0.05	0.0185	0.000162	0.00016	0.00001	0.000002	0.0021	0.031	0.0017	134