



ICS 71.100.40

G 75

备案号:

# Q/JYBY

## 江西永丰博源实业有限公司企业标准

Q/JYBY 001-2019

代替 Q/JYBY 001-2016

DDS 催化剂

2019-06-17 发布

2019-07-01 实施

江西永丰博源实业有限公司 发布



目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语及定义..... 1

4 要求..... 1

5 试验方法..... 2

6 检验规则..... 2

7 标志、包装、运输与贮存..... 3

附录 A（规范性附录） 络合总铁含量的测定..... 4

附录 B（规范性附录） 水分（游离水）的测定..... 6

附录 C（规范性附录） 还原性物质含量的测定..... 7

附录 D（规范性附录） 硫酸盐含量的测定..... 8



## 前 言

本标准按 GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》要求编写。

本标准是对 Q/JYBY 001-2016 标准的修订。

本标准与 Q/JYBY 001-2016 的主要差异：

——对 Q/JYBY 001-2016 标准中个别操作细节的修订；

——对引用的国家标准修订为最新版本，使检测更具合法性，可靠性；

本标准中产品目前尚没国家标准，为了统一质量要求，规范生产行为，确保产品质量，特制定本标准作为企业生产和检验的依据。自该产品国家标准出台之日起，本标准即作废。

本标准发布实施之日，Q/JYBY 001-2016 同时作废。

本标准的附录 A、B、C、D 为规范性附录。

本标准提出单位：江西永丰博源实业有限公司。

本标准起草单位：江西永丰博源实业有限公司。

本标准主要起草人：魏雄辉、邹建华、邓品蓉、李世嵩、李金。

本标准首次发布时间为 2000 年 2 月 28 日，本次为第八次复审。



# DDS 催化剂

## 1 范围

本标准规定了DDS催化剂的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输与贮存。

本标准适用于以DDS配体、亲疏耗氧菌或其芽孢、铁化合物和碳酸钠等为主要原料，经化学反应制成的DDS催化剂。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 601—2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6730.16—2016 铁矿石化学分析方法 硫酸钡重量法测定硫量

GB/T 6730.65—2009 铁矿石 全铁含量的测定 三氯化钛还原重铬酸钾滴定法（常规方法）

GB/T 6284—2006 化工产品中水分测定的通用方法干燥减量法

JJF 1070—2005 定量包装商品净含量计量检验规则

国家质量监督检验检疫总局令(2005)第75号 定量包装商品计量监督管理办法

## 3 术语及定义

### 3.1

**络合总铁**

是指各种铁络合物中铁含量的总和。

### 3.2

**还原性物质**

是指在发生反应过程中起还原作用、可以被氧化的物质。

## 4 要求

### 4.1 质量指标

应符合表1要求



表 1

| 项 目                        | 指 标           |
|----------------------------|---------------|
| 外观                         | 呈灰黑色，胶泥状固体    |
| 络合总铁（以铁计），g/kg             | $\geq 120.00$ |
| 水分（游离水），%                  | $\leq 28.00$  |
| 还原性物质（以没食子酸计），%            | $\geq 5.00$   |
| 硫酸盐（以硫酸钠计），%               | $\leq 0.60$   |
| 注：络合总铁包括二价铁、三价铁和其它高价铁的总含量。 |               |

#### 4.2 净含量负偏差

应符合定量包装商品计量监督管理办法的要求。

### 5 试验方法

#### 5.1 警告

使用本标准测定铁含量的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的各项事项。

#### 5.2 一般规定

分析所用试剂必须是分析纯以上试剂，实验室用水应符合GB/T 6682规定的三级水。数值修约规则应符合GB 8170的规定。

#### 5.3 外观测定

目测。

#### 5.4 络合总铁含量测定

按附录 A 规定的方法进行测定。

#### 5.5 水分（游离水）的测定

按附录B规定的方法进行测定。

#### 5.6 还原性物质的含量

按附录C规定的方法进行测定。

#### 5.7 硫酸盐的含量

按附录D规定的方法进行测定。

#### 5.8 净含量检测

按JJF 1070规定执行。



## 6 检验规则

### 6.1 组批

生产企业用相同材料、基本相同的生产条件、连续生产或同一班组生产的产品为一批，每批产品不超过4t。

### 6.2 抽样

按GB/T 6679的规定确定采样单元数，采样时将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的3/4处采样。每袋所取试样不少于50g，将所采的样品混匀，用四分法缩分至约500g。分装入两个干燥，清洁的广口瓶或塑料袋中，密封，贴标签，注明，生产厂名、产品名称、等级，批号和采样日期、采样者姓名。一瓶（袋）用于检验，另一瓶（袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

### 6.3 检验

本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。应保证每批出厂的DDS催化剂产品都符合本标准的要求。

### 6.4 判定规则

检验结果如有指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

### 6.5 仲裁

当供需双方对产品质量有异议时，按本标准请有关质检部门进行仲裁检验。

## 7 标志、包装、运输与贮存

### 7.1 标识

产品包装标准应符合产品标识标注规定要求。

### 7.2 包装

产品用塑料封口袋双层包装，每包净含量1Kg。外装印有“DDS催化剂（脱硫专用）”等字样。另用纸盒加封。每10盒装成一大纸箱。大纸箱外亦印有产品名称和公司标记。

### 7.3 运输与贮存

产品在运输、储存中防止日晒雨淋，避免压损，破装或破箱。

产品无毒、无腐蚀作用，在储存运输过程中对其他物品不会产生不良影响。



附 录 A  
(规范性附录)  
络合总铁含量的测定

A.1 方法提要或原理

依据GB/T 6730.65-2009中的三氯化钛还原重铬酸钾滴定法的原理，并参照GB/T 6730.65-2009中7.4.2中规定的分析方法进行测定。

A.2 试剂

A.2.1 浓硫酸

A.2.2 1+1盐酸：浓盐酸和蒸馏水等体积混合。

A.2.3 氯化亚锡溶液（100g/L）：称取10g氯化亚锡溶于10mL浓盐酸中，加水稀释至100mL。

A.2.4 钨酸钠溶液（25%）：称取25g钨酸钠，溶于80mL水中（若浑浊则过滤），加5mL浓 $\text{H}_3\text{PO}_4$ ，稀释至100mL。

A.2.5 三氯化钛溶液（1+9）：将100mL  $\text{TiCl}_3$ （15~20%）试剂与200mL  $\text{HCl}$ （1+1）及700mL水混合，转入棕色细口瓶中，加入10粒无砷锌粒，放置过夜。

A.2.6 硫磷混酸：在冷却下向100mL水中加入40mL浓硫酸，加入60mL浓磷酸。

A.2.7 重铬酸钾标准溶液 $[\text{C}(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1\text{mol/L}]$ ：按GB/T 601规定配制与检定。

A.2.8 二苯胺磺酸钠指示剂（5g/L）：按GB/T 603配制。

A.2.9  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶液（0.01mol/L）：称取0.4g  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 溶于40mL稀硫酸（0.1mol/L）中，若浑浊则加热至清，然后转移至棕色细口瓶中，加稀硫酸稀释至100mL，一周内有效。

A.3 样品的预处理

用分析天平称取样品0.02~0.04g（准确至0.0002g），移于烧瓶中，加入5~10mL浓硫酸，加热回流至溶液呈淡黄色，若不澄清，可加入适量的过硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8]$ ，继续加热回流至溶液呈淡黄色，冷却后加入10mL  $\text{HCl}$ （1+1），并以此洗涤回流管，加热，使分解产物溶解，得棕色或深黄色溶液。

A.4 测定步骤

1) 在预处理溶液中，趁热滴加氯化亚锡，直至溶液变为浅黄色。

2) 将溶液移到锥形瓶中，并以50mL蒸馏水洗涤烧瓶，将洗液合并到锥形瓶中，再加入8滴钨酸钠溶液，在摇动下滴加三氯化钛溶液至蓝色刚好生成，再过量两滴。用自来水冷却至室温，小心滴加重铬酸



钾溶液至蓝色刚好消失（呈现浅蓝色或近似无色），再加入50mL蒸馏水，10mL硫磷混酸以及2滴二苯胺磺酸钠溶液，立即用重铬酸钾标准溶液滴定至紫红色为终点，消耗重铬酸钾溶液为V，平行滴定二个样品。

3) 空白滴定：随同试样做空白实验，所用试剂取自同一瓶（不用氯化亚锡溶液），操作步骤基本相同，只是在加入硫磷混酸前加5mL硫酸亚铁铵溶液。滴定所消耗重铬酸钾标准溶液为A，随即加入5mL硫酸亚铁铵溶液，立即滴定，所消耗重铬酸钾标准溶液为B，A-B即为空白值 $V_0$ (mL)。

#### A.5 计算

$$C_{\text{总铁离子}}(\text{g/kg}) = \frac{C \times (V - V_0)}{G} \times 56.0$$

式中：C—重铬酸钾标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V—滴定所消耗重铬酸钾体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ —空白消耗重铬酸钾体积，单位为毫升（mL）；

G—试样重量，单位为克（g）；

56.0—铁的摩尔质量。

#### A.6 允许误差

平行测定二次，每一次测定值与平均值之差不超过2%。



附 录 B  
(规范性附录)  
水分(游离水)的测定

B.1 方法提要或原理

依据GB/T6284-2006的原理,在不改变产品性能的条件下(50±2℃)测定产品的干燥失重。

B.2 仪器

分析天平、称量瓶、恒温干燥箱。

B.3 操作

先用分析天平称量已按GB/T6284-2006中方法干燥恒重的称量瓶的质量,再用称量瓶在分析天平称取一定量(约5g,准确到0.0002 g)DDS催化剂产品,在50±2℃条件下恒温箱中烘2 h,取出干品,在干燥器中冷却,然后用分析天平称样品和称量瓶的质量。

B.4 计算

$$\text{DDS 催化剂含水分(游离水)\%} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

式中:  $m_0$  一称量瓶重,单位为克(g);

$m_1$  一烘前称量瓶及样品重,单位为克(g);

$m_2$  一烘后称量瓶及样品重,单位为克(g)。

B.5 允许误差

平行测定二次,每一次测定值与平均值之差不超过5%。



附 录 C  
(规范性附录)  
还原性物质含量的测定

### C.1 方法提要或原理

采用返滴定法原理,即在试样中加入过量的碘标准溶液,试样中还原性物质与碘反应,过量的碘用硫代硫酸钠标准溶液滴定至终点。同时做空白试验。根据消耗硫代硫酸钠标准溶液的量计算还原性物质的含量。

### C.2 试剂

C.2.1 2.5%的乙酸溶液:按GB/T 603配制。

C.2.2 20%的乙酸钠溶液:取20g乙酸钠溶于80g水中。

C.2.3 碘标准溶液 $[C(1/2I_2)]=0.1000\text{mol/L}$ :按GB/T 601配制与标定。

C.2.4 硫代硫酸钠标准溶液 $[C(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)]=0.1000\text{mol/L}$ :按GB/T 601 配制与标定。

C.2.5 1%淀粉指示剂溶液:称取1g淀粉,溶于99g水中,得100g 1%淀粉指示剂溶液。

### C.3 操作步骤

称取0.025~0.035克(准确至0.0002克)样品于250mL碘量瓶中,加入适量蒸馏水,加入2.5%乙酸5mL,20%乙酸钠20mL,然后静置10min,再加入0.1000 mol/L碘标准溶液10.00mL,用0.1mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定,接近终点加1%淀粉指示剂2mL,继续滴定至蓝色消失为终点。同时作空白实验。

### C.4 计算

$$\text{还原性物质含量(以没食子酸计)}(\%) = \frac{0.056667 \times C \times (V_1 - V_2)}{G} \times 100\%$$

式中: C—硫代硫酸钠标准溶液摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ —空白试验耗用硫代硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ —滴定样品耗用硫代硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

0.056667—1.00mL 硫代硫酸钠标准溶 $[C(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)]=0.1000\text{mol/L}$ 相当于没食子酸的克数;

G—样品重量,单位为克(g)。

### C.5 允许误差

平行测定二次,每一次测定与平均值之差不超过2%。



附 录 D  
(规范性附录)  
硫酸盐含量的测定

D.1 方法提要或原理

依据GB 6730.16—2016中规定的方法测定硫酸盐的含量。

D.2 仪器

50mL瓷坩锅、1KW电炉、漏斗、定量滤纸、马弗炉。

D.3 试剂

有关试剂、制剂参照GB/T 603配制。

D.4 操作

称取0.5 ( $G_1$ ) 克(准确至0.0002克)样品于50mL坩锅中,置于电炉上加热30分钟,冷却,用约10mL 1+1盐酸稍加热溶解和洗涤灼烧残渣,再用蒸馏水洗涤坩锅等器皿,将蒸馏水洗液和盐酸洗液混合,过滤混和液;用蒸馏水洗涤滤器。滤液洗至约200mL。将滤液加热至沸,在不断搅拌下加25%氯化钡溶液至沉淀完全,静置5小时,用双层慢速定量滤纸过滤,用蒸馏水洗涤沉淀至无氯离子为止,将沉淀和滤纸移入已在 $800 \pm 20^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重的瓷坩锅中,然后将坩锅放在电炉上加热至滤纸燃烧完毕为止,在 $800 \pm 20^\circ\text{C}$ 下灼烧到恒重,室温冷却,然后将坩锅和灼烧残渣一同称重( $G_2$ )。空白坩锅与滤纸灰分重为( $G_0$ )克。

D.5 计算:

$$\text{硫酸盐(以硫酸钠计)含量\%} = \frac{0.6087 \times (G_2 - G_0)}{G_1} \times 100\%$$

D.6 允许误差

平行测定二次,每一次测定与平均值之差不超过5%。