



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 018-2021

01 型 DDS 催化剂辅料 (油气田专用)

2021-01-05 发布

2021-01-05 实施

江西永丰博源实业有限公司 发布



目 次

前言.....2

1 范围.....3

2 规范性引用文件.....3

3 术语及定义.....3

4 要求.....3

5 试验方法.....4

6 检验规则.....4

7 标志、包装、运输与贮存.....5

附录 A（规范性附录） 络合总铁含量的测定.....6

附录 B（规范性附录） 水分（游离水）的测定.....8

附录 C（规范性附录） 还原性物质含量的测定.....9

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年01月05日 10点52分



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。

——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无国家标准，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。

本标准的附录 A、B、C 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。

本标准首次发布。



01 型 DDS 催化剂辅料（油气田专用）

1 范围

本标准规定了01型DDS催化剂辅料（油气田专用）的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以DDS催化剂前体、铁化合物、酚类物质和一些细菌营养物为主要原料，经化工处理制成的01型DDS催化剂辅料（油气田专用）。

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 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.65 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）

JJF 1070 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	呈灰黑或黄色胶状物
络合总铁（以铁计），g/kg	≥80.00
水分（游离水），%	≤35.00
还原性物质（以没食子酸计），%	≥18.00
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

使用本标准测定有效成份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安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的事项。

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 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(桶)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

本标准要求的指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。应保证每批出厂的01型DDS催化剂辅料(油气田专用)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

产品用塑料封口袋包装，每包净含量1公斤或2公斤，另用纸盒加封。每10包或5包装成一大纸箱。或用塑料包封口包装后用25KG(50KG)塑料桶密封保存，桶、箱表印有产品名称和公司标记。

7.3 运输与贮存

产品在贮存、运输中防止日晒雨淋，避免压损，破袋或破箱(桶)。

产品无毒、无腐蚀作用，在贮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 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 H_3PO_4 ，稀释至100mL。

A.2.5 三氯化钛溶液（1+9）：将100mL TiCl_3 （15~20%）试剂与200mL 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 $[\text{C}(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.01\text{mol/L}]$ ：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（0.1 mol/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），移于回流瓶中，加入5~10 mL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 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50m L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

$$\text{络合总铁含量 (g/Kg)} = C \times (V - V_0) \times 55.85 / G$$

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）；

55.85—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的相对平均偏差不超过2%。



附录 B
(规范性附录)
水分的测定

B.1 方法提要或原理

在不改变产品性能的条件下测定产品的分离失重。

B.2 仪器

分析天平（精度为 0.01 g）、R205B 旋转蒸发器、循环水式真空泵、500ML 或 1000ML 配套蒸发烧瓶。

B.3 操作

取清洁干燥的蒸发瓶加几颗防爆珠或瓷片，用分析天平称量为 G_0 ，往瓶内加入充分混匀样品约 10.0 g（准确至 0.01 g）则空瓶+样品重为 G_1 备用。将旋转蒸发装置连接好，接通冷凝水，（参照 R205B 旋转蒸发器使用说明）在锅内注入清水至离锅口 2—3 CM 处，将装好样品并称重的蒸发瓶套上，再将循环水式真空泵注入水至合适位置，接通电源，接蒸发装置抽真空，再设置蒸发加热温度为合适温度（为水浴实际温度），可根据真空度适当调整温度，由低到高缓慢加温，避免蒸发瓶内样品爆溅。旋转蒸发至真空度达到约 -0.095 MPa 时，观察有无冷凝水滴下，一直旋蒸至基本没有水滴落下为止。停止加热，真空放掉，断开所有电源。取下蒸发瓶，擦干表面水分，称重为 G_2 。

B.4 计算

$$01 \text{ 型 DDS 催化剂辅料 (油气田专用) 水分} \% = \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G_0} \times 100\%$$

式中： G_0 —蒸发瓶加防爆珠空瓶重，单位为克 (g)；

G_1 —加入样品后蒸发瓶及样品总重，单位为克 (g)；

G_2 —蒸发水分后蒸发瓶及样品总重，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的相对平均偏差不超过 2%。



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0.04–0.05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的相对平均偏差不超过2%。