

工业羟基氧化铁

Hydroxy iron oxide for industrial use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国石油和化学工业联合会

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件主要起草单位：斯瑞尔环境科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：。

本文件为首次发布。

征求意见稿

工业羟基氧化铁

1 范围

本文件规定了工业羟基氧化铁的要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输与贮存。
本文件适用于工业羟基氧化铁。

注：该产品可作为生产磷酸铁锂、铁铬液流电池电解液等产品的铁源，也可用于生产磁性材料、颜料、催化剂以及高效脱硫剂等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

HG/T 4701—2021 电池用磷酸铁

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式

分子式： FeOOH 或 $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。

5 分类

按照用途，工业羟基氧化铁分为两类：

——I类：用于储能、新能源电池铁源；

——II类：其他工业用途。

6 要求

6.1 外观：红棕色粉末或块状。

6.2 工业羟基氧化铁按本文件规定的试验方法检测，应符合表 1 的规定。

表1

项 目	指 标	
	I 类	II 类
铁含量（以 Fe 计）w% $\geq$	35.0	30.0
亚铁含量（以 Fe 计）w% $\leq$	0.2	0.2
钾（K）w% $\leq$	0.01	--
钠（Na）w% $\leq$	0.01	--
钙（Ca）w% $\leq$	0.006	--
镁（Mg）w% $\leq$	0.006	--
铝（Al）w% $\leq$	0.04	--
铜（Cu）w% $\leq$	0.006	0.1
铬（Cr）w% $\leq$	0.006	0.1
锌（Zn）w% $\leq$	0.006	0.1
锰（Mn）w% $\leq$	0.03	--
铅（Pb）w% $\leq$	0.01	0.01
钛（Ti）w% $\leq$	0.18	--
钴（Co）w% $\leq$	0.006	--
镍（Ni）w% $\leq$	--	0.1

7 试验方法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。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的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

7.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。

试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2和HG/T 3696.3的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下，白色衬底或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 铁（以 Fe 计）含量的测定

7.3.1 原理

在酸性条件下，用氯化亚锡将试验溶液中的大部分 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ，必要时滴加过氧化氢消去过量的 Sn^{2+} ，以钨酸钠溶液为指示剂，以三氯化钛进一步将 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。然后以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定溶液呈稳定的紫红色即为终点，根据重铬酸钾标准滴定溶液消耗量计算得铁含量。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.3.2.2 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.3 其他试剂或材料同 HG/T 4701—2021 中的 7.3.2。

7.3.3 试验步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加 30 mL 盐酸溶液，加热使试样完全溶解后按照 HG/T 4701—2021 中的 7.3.4.2 进行操作。

7.3.4 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——铁（Fe）的摩尔质量的数值（ $M=55.85$ ），单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

7.4 亚铁（以 Fe 计）含量测定

7.4.1 原理

用盐酸溶解样品，以二苯磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液进行滴定。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 盐酸。

7.4.2.2 硫—磷混酸：冷却条件下向 140 mL 水中加入 30 mL 硫酸，再加入 30 mL 磷酸，混匀。

7.4.2.3 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6 K_2Cr_2O_7) \approx 0.01 \text{ mol/L}$ 。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.1 配制并标定的重铬酸钾标准滴定溶液 $[c(1/6 K_2Cr_2O_7) \approx 0.1 \text{ mol/L}]$ 置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.4.2.4 二苯胺磺酸钠指示液（5 g/L）。

7.4.3 试验步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加 30 mL 盐酸，40℃～50℃ 水浴保温 10 min～30 min，使试样完全溶解至清亮。取出，加入 30 mL 硫磷混酸和 3 滴～4 滴二苯胺磺酸钠指示液（5 g/L），用水稀释至 150 mL，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液出现紫色即为终点。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

7.4.4 试验数据处理

亚铁含量以亚铁（Fe）质量分数 w_2 计，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V_2 - V_1)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_2 ——滴定试验溶液消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定空白试验溶液消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——铁（Fe）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=55.85$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

7.5 钾（K）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、铝（Al）、铜（Cu）、铬（Cr）、锌（Zn）、锰（Mn）、铅（Pb）、钛（Ti）、钴（Co）、镍（Ni）含量的测定

7.5.1 原理

试样采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素特征谱线的强度，以工作曲线法定量。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 盐酸溶液：1+1。优级纯试剂配制。

7.5.2.2 钾（K）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、铝（Al）、铜（Cu）、铬（Cr）、锌（Zn）、锰（Mn）、铅（Pb）、钛（Ti）、钴（Co）标准溶液：1 mL 溶液含（K、Na、Ca、Mg、Al、Cu、Cr、Zn、Mn、Pb、Co）0.01 mg，含（Ti）0.1 mg。

选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000 μg/mL）准确稀释，此溶液现用现配。

7.5.2.3 铜（Cu）、铬（Cr）、锌（Zn）、铅（Pb）、镍（Ni）标准溶液：1 mL 溶液含（Cu、Cr、Zn、Pb、Ni）0.1 mg。

选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000 μg/mL）准确稀释，此溶液现用现配。

7.5.2.4 水：符合 GB/T 6682—2008 中二级水的规定。

7.5.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

7.5.4 试验步骤

7.5.4.1 工作曲线的绘制

移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL标准溶液（见7.5.2.2、7.5.2.3）分别置于7个100 mL容量瓶中，分别加入4 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定，推荐分析谱线波长见表2。以标准溶液的质量浓度（μg/mL）为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

表2

元素名称	波长（nm）	元素名称	波长（nm）
Ca	317.933、393.366、396.847	Mn	257.610
Mg	285.213、279.553	Al	309.271、308.215、396.153
Na	588.995、589.592	Ti	334.941、336.121
K	404.720、766.491	Co	228.616
Cu	324.754、327.396	Pb	220.353
Zn	202.548、206.200	Cr	267.716、205.560
Ni	231.604	——	——

7.5.4.2 试验

称取0.2 g试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL烧杯中，加入10 mL盐酸溶液，加热溶解后，全部转移至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照7.5.4.1相同条件测定相应待测元素的光谱强度值。若测定试验溶液的光谱强度超出工作曲线的范围，则应对试验溶液进行适当稀释，并保持酸度与稀释前一致。在标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.5.5 试验数据处理

待测元素（钾、钠、钙、镁、铝、铜、铬、锌、锰、铅、钛、钴、镍）的含量以待测元素（K、Na、Ca、Mg、Al、Cu、Cr、Zn、Mn、Pb、Ti、Co、Ni）的质量分数 w_i 计，按公式（3）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times k \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_i ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

k ——试验溶液的稀释倍数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的10%。

8 检验规则

8.1 本文件中规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 生产企业用相同原料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的工业羟基氧化铁为一批。每批产品不超过50 t。

8.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自上方插入至料层深度的3/4处采样。将所采样品混匀，用四分法缩分至约200 g，立即分装入两个干燥、清洁的容器中，密封，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、类别、批号和采样日期、采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

8.4 采用GB/T 8170规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果仍有任何一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

9 标志和随行文件

9.1 工业羟基氧化铁包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

9.2 每批出厂的工业羟基氧化铁产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、检验结果及本文件编号。

10 包装、运输与贮存

10.1 工业羟基氧化铁产品采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，袋口用维尼龙绳扎紧，或与其相当的其他方式封口，应严密不漏；外包装采用编织袋等包装。每袋净含量25 kg或1000 kg。如需其他包装方式，可由供需双方另行协商确定。

10.2 工业羟基氧化铁在运输过程中应有遮盖物，防止日晒，包装不得受到污损。运输工具应清洁、干燥。

10.3 工业羟基氧化铁应贮存在通风、避光、干燥的库房或库区内，与酸性物质隔离存放。

征求意见稿