

宝山钢铁股份有限公司暂行供货技术条件

BZJ 905 - 2000

氧化铁

代替 BZJ 905 - 94

1 范围

本暂行供货技术条件规定了氧化铁的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和质量证明书。

本暂行供货技术条件适用于钢铁厂冷轧酸洗工艺的废酸液中氯化亚铁盐经喷雾焙烧制得的氧化铁 (Fe_2O_3)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本暂行供货技术条件中引用而构成为本暂行供货技术条件的条文。本暂行供货技术条件发布时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本暂行供货技术条件的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2574 - 94 工业氧化铁

3 技术要求

3.1 外观：褐红色粉状。

3.2 粒度：按实际粒度交货。

3.3 化学成分应符合表 1 的规定：

表 1

指标名称		指 标		
		一 级	二 级	三 级
氧化铁 (Fe_2O_3), %	不小于	99.3	98.6	98.0
二氧化硅 (SiO_2), %	不大于	0.012	0.022	0.04
三氧化二铝 (Al_2O_3), %	不大于	0.01	0.05	0.08
氧化锰 (MnO), %	不大于	0.26	0.28	0.28
氧化钙 (CaO), %	不大于	0.02	0.04	0.06
硫酸盐 (以 SO_4^{2-} 计), %	不大于	0.10	0.10	0.15
氯化物 (Cl^-), %	不大于	0.15	0.20	0.20
水分, %	不大于	0.5	0.5	1.0
氧化亚铁 (FeO), %	不大于	0.4	0.4	0.4

4 试验方法

4.1 外观，目测。

4.2 粒度的测定按 HG/T 2574 进行。

4.3 氧化铁的测定按 HG/T 2574 进行。

4.4 二氧化硅的测定按 HG/T 2574 或附录 A (标准的附录)《氧化铁中 Si、Ca、Al、Mn、 SO_4^{2-} 的测定》进行。

4.5 三氧化二铝的测定按 HG/T 2574 或附录 A (标准的附录)《氧化铁中 Si、Ca、Al、Mn、 SO_4^{2-} 的测定》进行，HG/T 2574 为仲裁方法。

4.6 氧化锰的测定按 HG/T 2574 或附录 A (标准的附录)《氧化铁中 Si、Ca、Al、Mn、 SO_4^{2-} 的测定》进行，HG/T 2574 为仲裁方法。

4.8 硫酸盐的测定按 HG/T 2574 或附录 A (标准的附录)《氧化铁中 Si、Ca、Al、Mn、 SO_4^{2-} 的测定》进行，HG/T 2574 为仲裁方法。

4.9 氯化物的测定按 HG/T 2574 或附录 B (标准的附录)《氧化铁中氯离子的测定》进行，HG/T 2574 为仲裁方法。

4.7 氧化钙的测定按 HG/T 2574 或附录 A (标准的附录)《氧化铁中 Si、Ca、Al、Mn、 SO_4^{2-} 的测

定》进行，HG/T 2574 为仲裁方法。

4.10 水分的测定按 HG/T 2574 进行。

4.11 氧化亚铁的测定按 HG/T 2574 进行。

5 检验规则

5.1 氧化铁的检验由供方技术监督部门进行。

5.2 以连续生产的产品每日包装的量为一批。

5.3 取样方法

5.3.1 袋中取样法

5.3.1.1 以每袋净重 20 公斤包装的氧化铁，按表 2 选择取样袋数。

当总的包装袋数大于 500 袋时，则以 500 袋为一个取样单元，按表 2 选择取样袋数，以此累加取样袋数即为批量的取样袋数。

表 2

总的包装袋数	取样袋数	总的包装袋数	取样袋数
1 ~ 10	全部袋数	182 ~ 216	18
11 ~ 49	11	217 ~ 254	19
50 ~ 64	12	255 ~ 296	20
65 ~ 81	13	297 ~ 343	21
82 ~ 101	14	344 ~ 394	22
102 ~ 125	15	395 ~ 450	23
126 ~ 151	16	451 ~ 512	24
152 ~ 181	17		

5.3.1.2 以每袋净重 1 吨包装的氧化铁，每袋均应取样。

5.3.1.3 袋中取样可采用取样勺或探针等取样工具。确定取样袋数后均衡取样，每袋取相等数量的试样，总量不得少于 2 公斤。

5.3.2 连续取样法

按一定的时间间隔或等袋数间隔在料仓漏嘴口采取截面样品，每次取相等数量的试样，总量不得少于 2 公斤。

5.4 试样制备

5.4.1 将所取得的样品混合均匀后，可用缩分器或四分法等方法缩分至约 500 克，并分装于两个清洁干燥的塑料袋中，封口。一袋作检验用，另一袋作为保留样。

5.4.2 每一个样品袋上应贴有标签，并注明：产品名称、批号、产品重量、取样日期、取样人姓名等。

5.4.3 保留样保存期至少 30 天。

5.5 复验与判定

5.5.1 若按“袋中取样法”取样时，如果检验结果有指标不符合本暂行供货技术条件技术要求，须按原取样袋数的两倍数量重新取样复验。复验时，应按本暂行供货技术条件技术要求规定的全部项目进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本暂行供货技术条件技术要求，则整批氧化铁为不合格品，复验只进行一次。

若按“连续取样法”取样时，检验结果即使只有一项指标不符合本暂行供货技术条件技术要求，则整批氧化铁为不合格品。

5.5.2 FeO 及粒度不作判定依据，仅供客户参考。

6 标志、包装、运输、贮存和质量证明书

6.1 本产品用外袋为塑料编织袋内衬塑料薄膜的两层袋包装，或用复合袋包装，每袋净重 20 公斤或 1 吨。

6.2 包装袋上应标明：产品名称、产品暂行供货技术条件编号、商标、生产方名称、地址、净重、等级、批号，及“小心轻放”、“注意防潮”等。

6.3 每批产品交货时都应附有质量证明书。证明书内容包括：产品名称、产品暂行供货技术条件编号、厂标、生产方名称、地址、用户名称、合同号、净重、等级、批号、发货日期和本暂行供货技术条件规定的各项检验结果等。

6.4 氧化铁产品应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内，不宜露天存放。严禁与酸、碱物接触。在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋和受潮。

附录 A
(规范性附录)
氧化铁中Si、Ca、Al、Mn、 SO_4^{2-} 的测定

A1 原理

将试样用HCl溶解，定容于100ml容量瓶中，在预先作好工作曲线的等离子光谱仪器上测定各自的强度，根据其强度，分别计算出Si、Ca、Al、Mn、 SO_4^{2-} 的含量。

A2 试验仪器和设备

电感耦合等离子光谱仪。

A3 试剂和材料

A3.1 浓盐酸：优级纯或分析纯。

A3.2 高纯氧化铁：99.99%

A3.3 标准溶液的贮备液配制。

A3.3.1 1mg Si/ml 贮备液配制：精确称取基准试剂 SiO_2 (纯度99.9%以上)2.1394克放入铂坩埚中，加4克 Na_2CO_3 ，在1300℃温度下熔融。冷却后放入四氟乙烯烧杯中，用2% NaOH浸出，转移到1000ml塑料容量瓶内，用2% NaOH稀释到刻度。

A3.3.2 1mg CaO/ml 贮备液配制：精确称取105-110℃干燥1-2小时至恒量的基准试剂 $CaCO_3$ (纯度99.9%以上)1.7848克放入四氟乙烯烧杯中，用(1+1)HCl 20ml溶解后转移到1000ml塑料容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

A3.3.3 1mg Al/ml 贮备液配制：精确称取基准试剂铝粉(纯度99.9%以上)1.0000克放入100ml烧杯中，用(1+1) HNO_3 20ml溶解后转移到1000ml塑料容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

A3.3.4 1mg Mn/ml 贮备液配制：精确称取基准试剂金属锰(纯度99.9%以上，预先用稀硫酸洗涤除去表面氧化物，再用水洗涤除酸，烘干冷却后使用)1.0000克放入100ml烧杯中，用(1+1) HNO_3 20ml溶解后转移到1000ml塑料容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

A3.3.5 1mg SO_4^{2-} /ml 贮备液配制：精确称取105-110℃干燥1-2小时至恒量的无水 Na_2SO_4 1.4792克放入100ml烧杯中，用水溶解后转移到1000ml塑料容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

A3.4 混合标准溶液

分别取上述Si贮备液2ml；CaO贮备液5ml；Al贮备液4ml；Mn贮备液25ml； SO_4^{2-} 贮备液20ml于一个100ml容量瓶中，加入10ml HCl，并用蒸馏水稀释至刻度。该溶液为20 μg Si/ml；50 μg CaO/ml；40 μg Al/ml；250 μg Mn/ml；200 μg SO_4^{2-} /ml。

A4 试验条件和步骤

A4.1 试验条件：

根据试验仪器的技术状况，选择适当的工作条件。以下列举的工作条件，其仪器型号为：ICPS-1000型。

A4.1.1 等离子体条件：

功率(Power)：1.2kw

冷却气(Coolant)：14L/min

等离子气(Plasma)：1.2L/min

载气(Carrier)：1.0L/min

清洗气(Purge)：3.5L/min

炬管高(Height)：15mm

A4.1.2 积分时间：5.0秒。

A4.1.3 测定元素谱线：

元 素	谱线 (nm)
Al	396.135
Si	212.415
S	180.731
Ca	422.673
Mn	257.610

A4.2 工作曲线绘制

精确称取5份高纯氧化铁，每份1.0000克，分别移入5个100ml烧杯中，均加入10ml浓HCl，盖上表面皿，低温加热使其溶解(或在微波溶样器中溶解)。待试样完全溶解后，再分别移入5个100ml容量瓶中，在其中4个容量瓶中分别加入混合标准溶液1ml、3ml、6ml、10ml，用蒸馏水将5个容量瓶稀释至刻度，摇匀，然后在等离子光谱仪上进行各元素的强度测定。分别以各元素的浓度 Si 0.002 ~ 0.020%，CaO 0.005 ~ 0.050%，Al 0.004 ~ 0.040%，Mn 0.025 ~ 0.25%， SO_4^{2-} 0.02 ~ 0.20%和所对应的强度绘制工作曲线。

A4.3 试验步骤

(原则上)精确称取1.0000克试样，移入100ml烧杯中，加入10ml浓HCl，盖上表面皿，低温加热使其溶解(或在微波溶样器中溶解)。待试样完全溶解后移入100ml容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。按上述试验条件进行各元素的强度测定，在工作曲线上查出各元素的含量。

A4.4 注意事项

溶解1.0000克试样时，加入10ml浓HCl，溶解试样后稀释到100ml时，其盐酸的酸度相当于1mol/l。但要防止酸的大量蒸发，故一定要在低温下溶样。并且尽可能使各个试样的加热条件一致，以保持酸度一致。

A5 允许差

二次平行分析结果的绝对差值应不大于下表所列允许差：

元 素	允许差(%)
二氧化硅 (SiO ₂)	0.003
铝 (Al)	0.002
锰 (Mn)	0.02
钙 (Ca)	0.005
硫酸盐 (以SO ₄ ²⁻ 计)	0.02

附录 B
(规范性附录)
氧化铁中氯离子的测定

B1 原理

试样中氯化物用硝酸浸出，过滤不溶残渣，取滤液，用氢氧化钠和硝酸调节PH，用硝酸银标准溶液滴定。溶液中氯离子能与银离子生成溶解度很小的白色沉淀，过剩的银离子与指示剂铬酸钾生成棕红色的铬酸银沉淀。

B2 试剂

试剂为分析纯或基准试剂。

B2.1 硝酸溶液：(1+1)。

B2.2 氢氧化钠溶液：20%。

B2.3 硝酸溶液：2%。

B2.4 酚酞溶液：1%。

B2.5 铬酸钾：5%。

B2.6 氯离子标准溶液 (1ml = 1mgCl)：称取1.6487克于500~600℃灼烧2小时至恒重的氯化钠基准试剂(纯度99.9%以上)溶解于水中，移入1000ml容量瓶中，稀释至刻度。

B2.7 0.1M硝酸银标准溶液：称取16.98克硝酸银，溶解于1000ml蒸馏水中，摇匀。溶液保存于棕色容量瓶中。每周标定一次。

标定：吸取氯离子标准溶液25ml (1ml = 1mgCl)于150ml烧杯中，加水50ml，加酚酞1滴，用氢氧化钠和硝酸调节至红色刚消失。加铬酸钾指示剂10滴，用0.1M硝酸银标准溶液滴定至砖红色的铬酸银沉淀出现为终点。空白值同步操作。

硝酸银摩尔浓度： $M = 0.7052 \div (V_{AgNO_3} - V_{AgNO_3(BK)})$

B3 试验条件和步骤

B3.1 试样的分解：(原则上)称取试样0.5000g置于150ml烧杯中，加硝酸(1+1)20ml。在室温下经常摇动放置30分钟，用2张快速滤纸过滤不溶解残渣，用蒸馏水洗涤烧杯和沉淀数次，滤液和洗液收集于150ml烧杯中，作为主液保留。

B3.2 氢氧化物分离：在以上主液上加酚酞1滴，用氢氧化钠调节至溶液出现红色，用快速滤纸过滤，用蒸馏水洗涤烧杯和沉淀数次，滤液和洗液收集于150ml烧杯中，弃去沉淀。

B3.3 滴定：用氢氧化钠和硝酸调节至溶液红色刚消失，加铬酸钾指示剂10滴，以0.1M硝酸银标准溶液滴定至溶液出现红色为终点。

B3.4 空白值同步操作。

B3.5 注意事项

B3.5.1 指示剂的用量是本方法的关键之一。

若 K_2CrO_4 的浓度太高，会妨碍 Ag_2CrO_4 沉淀颜色的观察，影响终点的判断。 K_2CrO_4 沉淀析出也需多加 $AgNO_3$ ，滴定剂就过量，同样终点判断也较差。

由于终点误差的存在，为提高分析精度，通常需要校正指示剂的空白值。

B3.5.2 溶液的酸度是本方法的关键之二。

酸度较低 $Ag_2CrO_4 + H^+ = 2Ag^+ + HCrO_4^-$ ，所以不能在酸性溶液中进行。

碱性太强 $2Ag^+ + 2OH^- = 2AgOH + Ag_2O + H_2O$

通常，本方法要求溶液的酸度范围为PH = 6.5 ~ 10.5

B4 试验结果的计算：

按(1)式计算氯离子含量。

$$Cl^- \% = (V - V_{BK}) \times M \times 35.45 \div (W \times 1000) \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：V — 试样消耗0.1M硝酸银标准溶液的体积，ml；

V_{BK} — 空白消耗0.1M硝酸银标准溶液的体积，ml；

M — 硝酸银标准溶液的摩尔浓度；

W — 称取试样量，g。

附加说明：

本标准由宝山钢铁股份有限公司制造部提出并归口

本标准由宝山钢铁股份有限公司制造部起草

本标准起草人：申联平、钱敏