

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7519 - 1994

热处理盐浴（钡盐、硝酸盐）有害固体废物 分 析 方 法

1994-10-25 发布

1995-10-01 实施

中华人民共和国机械工业部 发布

热处理盐浴（钡盐、硝酸盐）有害固体废物
分析 方 法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了热处理盐浴（钡盐、硝酸盐）有害固体废物的化学分析方法及允许偏差范围。

本标准适用于热处理盐浴有害固体废物——钡盐渣浸出液氯化钡和硝酸盐渣浸出液亚硝酸钠的测定。

2 引用标准

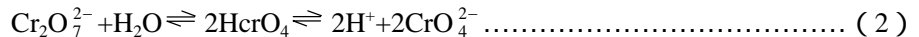
GB 5086 有色金属工业固体废物浸出毒性试验方法标准

JB/T 6047 热处理盐浴有害固体废物无害化处理方法

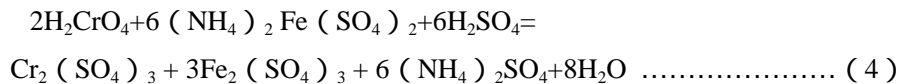
3 氯化钡的测定

3.1 原理

在弱酸性溶液中，加入过量的 $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液，与 Ba^{2+} 生成沉淀。其化学反应式为：



过量的 $K_2Cr_2O_7$ ，以硫酸亚铁铵标准溶液回滴，以苯基代邻氨基苯甲酸（即铬钒指示剂）为指示剂。其化学反应式为：



由 $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液前后用量之差计算 $BaCl_2$ 含量。

3.2 试剂

本方法所使用的试剂，除指明者外，均为分析纯（A.R）；所有百分比浓度，除指明者外，均为重量体积百分比（W/V）。

- a. 重铬酸钾标准溶液 0.05M；
- b. 硫酸亚铁铵标准溶液 0.25M；
- c. 硫酸 1:1（密度 1.84）；
- d. 磷酸（密度 1.70）；
- e. 醋酸铵 15%；
- f. 铬钒指示剂（即苯基代邻氨基苯甲酸指示剂）将 0.27g 指示剂溶于 5mL 5% 的碳酸钠溶液中，以水稀释至 250mL。

3.3 仪器（或设备）

除一般通用化学分析仪器外，应具备研钵（或粉碎机）和 20 目数/英寸以上的标准筛。

3.4 试样

3.4.1 采样 按 GB 5086 中 1.1 条规定进行。

3.4.2 制样 按 JB/T 6047 中 4.1.1 条规定进行。

3.4.3 测试条件 见表 1。

表 1

项 目	样 品 名 称
	钡 盐 渣
颗粒度 mm ¹⁾	1
溶剂	水 (pH 7)
固液比 (渣重 水重)	1 10
溶渣方式	浸出 20h 以上或加热煮沸 1~2h 或搅拌 8h
浸出液酸碱度	6 pH 7
沉淀剂用量 mL	0.05M K ₂ Cr ₂ O ₇ 20
溶液加热温度	50~60
沉淀放置时间 min	30

注：1) GB 5330—85《工业用金属丝网编制方孔筛网》中给出标准筛的网孔基本尺寸表，如 0.95mm 相当于英制 20.8 目/英寸。

3.5 分析步骤

a. 称试样 50g (干基) 置于烧杯中，加蒸馏水 500mL，固液比为 1 10，浸出 20h 以上 (或加热煮沸 1~2h)，然后将浸出液过滤于 500mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

b. 准确移取浸出液 20mL 于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

c. 移取稀释溶液 25mL 于烧杯中，加水 75mL，醋酸铵溶液 2mL，加热至 50~60，准确加入重铬酸钾标准溶液 20mL，充分搅拌。

d. 放置 30min 或更长时间，然后，以紧密滤纸过滤，用 0.5% 醋酸铵的水洗涤沉淀 5~6 次，至洗涤水不呈现黄色为止。

e. 滤液中加硫酸 (1 1) 12mL，磷酸 2mL，铬钒指示剂 3 滴，以硫酸亚铁铵标准溶液滴定至试样溶液由紫红色变成亮绿色即为终点。按式 (5) 计算 BaCl₂ 的含量。

$$\text{BaCl}_2\% = \frac{(M_1V_1 - M_2V_2) \times 0.0694}{G} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：M₁——重铬酸钾标准溶液的摩尔浓度；

V₂——重铬酸钾标准溶液用量，mL；

M₂——硫酸亚铁铵标准溶液的摩尔浓度；

V₂——硫酸亚铁铵标准溶液用量，mL；

G——度样重，g；

0.0694——每毫摩尔 BaCl₂ 的克数。

或

$$\text{BaCl}_2 \text{ (按 Ba}^{2+}\text{计: mg/L) 浓度} = \frac{W}{V} \dots\dots\dots (6)$$

式中：W——Ba²⁺的含量，mg；

V——试样体积，L。

注：当量浓度=摩尔浓度×金属元素化合价总数。

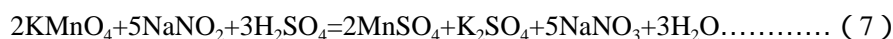
3.6 允许偏差

钒盐渣 BaCl₂ (按 Ba²⁺计) 浓度在 1000mg/L 以下时，允许相对标准偏差不大于 1.0%。其浓度在 1000mg/L 以上时，允许相对标准偏差不大于 0.5%。

4 亚硝酸钠的测定

4.1 原理

在酸性溶液中，高锰酸钾可将亚硝酸钠氧化为硝酸钠。其化学反应式如下：



由消耗的高锰酸钾的毫摩尔计算亚硝酸钠的含量。

4.2 试剂

- a. 硫酸 1 : 1 (密度 1.84)；
- b. 高锰酸钾标准溶液 0.1M。

4.3 仪器 (或设备)

与 3.3 条同。

4.4 试样

- 4.4.1 采样与 3.4.1 条同。
- 4.4.2 制样与 3.4.2 条同。
- 4.4.3 测试条件见表 2。

表 2

项 目	样 品 名 称
	硝 酸 渣
颗粒度 mm	1
溶剂	水 (pH 7)
固液比 (渣重 水重)	1 : 10
溶渣方式	浸出 20h 以上或加热煮沸 1~2h 或搅拌 8h
浸出液酸碱度	6 pH 8
氧化剂用量 mL	0.1M KMnO ₄ 20
溶液加热温度	50~60
氧化反应时间	瞬间

4.5 分析步骤

- a. 称试样 50g (干基) 置于烧杯中，加蒸馏水 500mL，固液比为 1 : 10，浸出 20h 以上 (或加热

煮沸 1~2h), 然后将浸出液过滤于 500mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀。

b. 准确移取浸出液 50mL 于 500mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

c. 准确吸取 0.1M 高锰酸钾标准溶液 20mL 于 300mL 锥形瓶中, 加硫酸 (1 : 1) 5mL, 摇匀, 加热至 50~60 后, 用稀释溶液滴定至红色消失即为终点。按式 (8) 计算 NaNO₂ 的含量。

$$\text{NaNO}_2\% = \frac{20 \times M \times 0.0345}{\frac{5}{500} \times V} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中: M——高锰酸钾标准溶液的摩尔浓度;

V——试样溶液用量, mL;

0.0345——每毫摩尔 NaNO₂ 的克数。

或

$$\text{NaNO}_2 \text{ (按 NO}_2^- \text{ 计: mg/L) 浓度} = \frac{W}{V} \dots\dots\dots (9)$$

式中: W——NO₂⁻ 的含量, mg;

V——试样体积, L。

4.6 允许偏差

硝酸盐 NaNO₂ (按 NO₂⁻ 计) 浓度在 500mg/L 以下时, 允许相对标准偏差不大于 1.0%。

附加说明:

本标准由机械工业部机械工业环境保护技术研究所提出并归口。

本标准由机械工业环境保护技术研究所负责起草。

本标准主要起草人张文莲、伍昕忠。

中 华 人 民 共 和 国
机 械 行 业 标 准
热处理盐浴（钡盐、硝酸盐）有害固体废物
分 析 方 法
JB/T 7519 - 1994

*

机械科学研究院出版发行
机械科学研究院印刷
(北京首体南路2号 邮编 100044)

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8,000
1996年7月第一版 1996年7月第一次印刷
印数 1 - 500 定价 5.00元

机械工业标准服务网：<http://www.JB.ac.cn>