

ICS 13.030.50
CCS Z 70

团 体 标 准

T/ ZJGFTR 17-2022

回收氢氧化锡

Recovery $\text{Sn}(\text{OH})_4$

2022—08—25发布

2022—08—25实施

浙江省固废利用处置与土壤修复行业协会 发布

前 言

本标准由浙江省固废利用处置与土壤修复行业协会提出

本标准起草单位：嘉兴市环科环保新材料科技有限公司、嘉兴职业技术学院、浙江省固废利用处置与土壤修复行业协会、浙江省环境科技有限公司、浙江正大新材料科技有限公司、嘉兴市科源环境工程有限公司、嘉兴欣岑环保有限公司

本标准主要起草人：金月祥、金佳媛、李海娥、何伟、杨琼、吴荣明、朱佳伟、刘勇、倪康、王庆、楼平、陈波

回收氢氧化锡

1. 范围

本标准规定了回收氢氧化锡的技术指标、检测方法以及标志、标签和包装。

本标准须要取得危险废物经营许可证，适用于含锡的废酸或含锡污泥经综合回收所得的回收氢氧化锡。废酸污泥的主要来源为镀锡、酸洗等行业。

本产品的用途适用于火法冶炼的再生原料。

2. 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方面研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本文件。

GB/T 601-2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602-2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603-2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

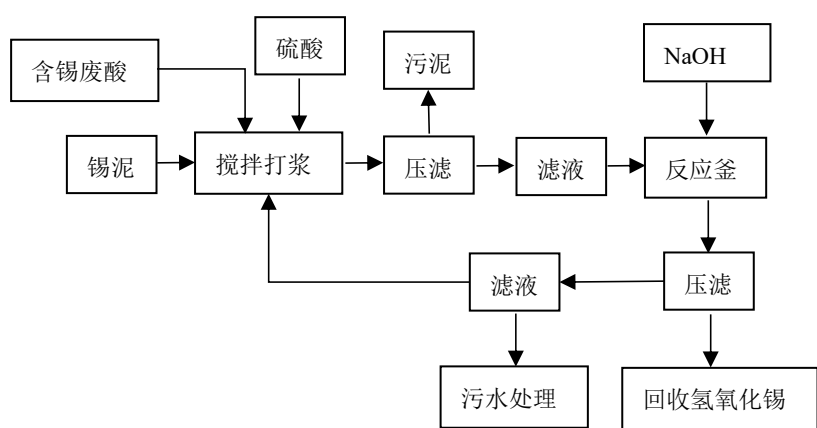
JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3. 术语和定义

3.1 含锡废酸指在镀锡或酸洗锡件过程中产生的含锡废酸。

3.2 含锡污泥指在镀锡或中和过程中产生的含锡污泥和沉淀污泥。

4. 回收工艺



4.1 工艺简述:

含锡污泥进入搅拌打浆装置，加入含锡废酸或硫酸，然后进入压滤机压滤，产生的压干污泥委托有资质单位处理。滤液进入反应釜，在反应釜内加入液体NaOH，并调pH9-11，待产生沉淀后进入压滤机压滤回收氢氧化锡，滤液重新回入搅拌打浆装置，剩余滤液进入污水处理站进行处置。

5. 要求

5.1 外观：固体、微黄色或灰色

5.2 氢氧化锡的技术指标应符合表 1 的规定

表1

项目		指标
氢氧化锡含量/%	≥	30
铜/%	≤	3
水分/%	≤	62

6. 检测方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

实验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按GB601、GB602、GB603、之规定制备。

6.1 氢氧化锡含量的测定

6.1.1 原理

在盐酸溶液中，锡（IV）被铝片还原为锡（II），以淀粉为指示剂，用碘酸钾标准溶液滴定。在盐酸溶液中，碘酸根氧化碘离子析出碘，碘又氧化锡（II），当锡（II）被定量氧化后，过量的碘酸根又继续氧化碘离子析出碘，与淀粉形成蓝色吸附物而指示终点。

6.1.2 试剂和溶液

- a. 盐酸
- b. 过氧化钠
- c. 铝片
- d. 淀粉指示剂
- e. 碘酸钾标准溶液

配制：依次称取 10.1gKIO₃，50.5gAl，1.7gNaOH 于 1L 烧杯中，加适量水，加热并搅拌至完全溶解，冷却后稀释至 2500mL，混匀，一周后标定。

标定：称取 2g 锡粉，加 HCl 加热溶解定容 1000mL，吸取 50 mL 锡标于锥形瓶中，加入 100mLHCl，加 100mL 铁粉，加 3.5g 左右铝片，盖上盖世漏斗（漏斗中加入饱和 NaHCO₃），反应完后，加热至锥形瓶中冒出大气泡为止，冷却后，加入 5%的淀粉指示剂，开始标定至紫色为终点。同时做空白试验。（平行样≥3 次）。

碘酸钾标准溶液的滴定度

$$\text{滴定度 } T = \frac{m}{V_1 - V_2}$$

式中：T——滴定度 1mL 碘酸钾标准溶液相当的锡的质量，g/mL；

m——锡粉的质量，g；

V₁——滴定锡所消耗碘酸钾标准溶液的体积，mL；

V₂——滴定空白所消耗碘酸钾标准溶液的体积，mL。

6.1.3 检测过程

准确称取试样0.3g于铁坩埚中，加入2g过氧化钠，再覆盖一层1g左右的过氧化钠。放入预先升温至700℃的马弗炉中熔融，取出后冷却。将坩埚放入250mL烧杯中，用（1+1）的HCl洗净坩埚，过滤于500 mL锥形瓶中。加入1g铁粉和3.5g铝片，立即盖上盖世漏斗。漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液。铝片完全溶解后，将锥形瓶置于电炉上加热，直至出现大量气泡为止。在流水中冷却至室温，加入5%的淀粉指示剂，用碘酸钾标准溶液滴定至蓝色即为终点，同时做空白试验。

氢氧化锡的含量计算公式

$$\text{Sn(OH)}_4 \% = \frac{(V_1 - V_0) \times T \times 1.5728}{m} \times 100$$

式中：m——称取试样的质量，g；

V₁——滴定试样所消耗碘酸钾标准溶液的体积，mL；

V₀——滴定空白所消耗碘酸钾标准溶液的体积，mL；

1.5728——锡转换为氢氧化锡的转换系数。

6.2 铜含量的测定

6.2.1 原理

试样经酸分解后能用乙酸铵调节酸度，以氟化氢铵掩蔽铁，在 pH3.0~4.0 的微酸性溶液中，铜（II）与碘化钾作用游离出碘。以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

6.2.2 试剂和溶液

a. 乙酸钠溶液，300g/L

称取 90g 乙酸铵置于 400mL 烧杯中，加入 150mL 水和 100mL 冰乙酸，待溶解后，用水稀释至 300mL，混匀。

b. 三氯化铁溶液，100mL

称取 10g 三氯化铁于 100mL 烧杯中，加入 100mL 盐酸，溶解，转移于 100 mL 容量瓶中，加水定容到刻度线，摇匀。

c. 硝酸

d. 硫酸

e. 淀粉指示剂

f. 硫代硫酸钠标准溶液

配制：称取 26g Na₂S₂O₃ · 5H₂O 于烧杯中，加入 0.2g Na₂CO₃ 溶于 1000mL 水中，缓慢煮沸 10min，冷却。放置两周后过滤。

标定：准确称取 0.1800g 于 120℃ ± 2℃ 电烘箱中干燥至恒重的 K₂Cr₂O₇ (GR)，于 250 mL 碘量瓶中，加入 25mL 水使其溶解，加 2g 碘化钾和 20mL 20 % 的硫酸溶液，轻轻摇匀，盖好瓶塞，于暗处放置 10min，然后加入 150mL 水，立即用 Na₂S₂O₃ 标准溶液滴定至溶液呈草黄色，加入 2mL 10g/L 的淀粉溶液，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色，即为终点。同时做空白实验，平行实验 3 次。

Na₂S₂O₃ 标准滴定溶液的浓度

$$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{1000m}{49.031 \times (V_1 - V_0)}$$

式中：m——称取基准试剂重铬酸钾的质量，g；

V_1 ——滴定重铬酸钾所消耗硫代硫酸钾标准溶液的体积，mL；

V_0 ——滴定空白消耗硫代硫酸钾标准溶液的体积，mL；

49.031—— $1/6K_2Cr_2O_7$ 摩尔质量，g/mol。

6.2.3 检测过程

称取 0.5~1.0g 试样于 250 mL 烧杯中，加入少量水润湿，加 10~15mL 盐酸低温加热 3~5min，取下稍冷。加 10~15mL 硝—硫混酸（3+7），盖上表面皿，摇匀，低温加热，待试样完全分解后，取下冷却，用少量水洗涤表面皿。继续加热蒸发至干，冷却。用 20mL 水冲洗表面皿及杯壁，盖上表面皿，置于电炉上煮沸，使盐类溶解，取下冷却至室温。

向溶液中滴加 1mL100g/L 三氯化铁溶液，加 300g/L 乙酸铵溶液，至红色不在加深并过量 3~5min，然后滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失并过量 1mL，摇匀。迅速用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色。加入 2mL1010 g/L 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失，即为终点。随同试样做空白试验。

铜含量的计算公式：

$$Cu\% = \frac{63.54 \times C \times (V_1 - V_0)}{m} \times 100\%$$

式中：m——称取试样的质量，g；

C——滴定试样所消耗碘酸钾标准溶液的体积，mL；

V_1 ——滴定空白所消耗碘酸钾标准溶液的体积，mL；

V_0 ——滴定空白所消耗碘酸钾标准溶液的体积，mL；

63.54——铜的摩尔质量 g/mol。

6.3 水分（H₂O）的测定

先恒重称取玻璃盘的重量，在称取 200g 左右的试样于玻璃盘中，称量玻璃盘和试样的总重量。放入 105℃烘箱内烘 6 至 8 小时使水分蒸发除去，取出冷至室温，称重。在烘半小时称一次，直至称重恒重。

水分的计算公式：

$$H_2O\% = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100\%$$

式中： W_1 ——恒重称取的玻璃盘的重量，g；

W_2 ——未进烘箱前，恒重称取玻璃盘和试样的总重量，g；

W_3 ——烘干后，恒重称取玻璃盘和试样的总重量，g。

7. 检验规则

7.1 取样方法和取样量

在每批产品中随机抽取样品，每批按包装件数的 3%抽取小样，每批不得少于 3 个包装，每个包装样品不得少于 100g，将抽取样品迅速混合均匀，分装与两个洁净、干燥的容器或包装袋中，注明产品名称、批号、数量及取样日期，一份做检验，一份密封留存备查。

7.2 出厂检验

出厂检验项目包括含量、水分，每批产品需经质检部门按本标准的方法检验，并出具产品合格检验单后方可出厂。

7.3 型式检验

7.3.1 正常生产时每半年一次型式检验，有下列情况之一时，亦进行型式检验：

- a. 设备或工艺发生较大改变，可能影响产品质量时；
- b. 长期停产，重新恢复生产时
- c. 国家质量监督部门提出进行型式检验要求时。

7.3.2 型式检验项目包括本标准技术要求规定的全部项目。

7.4 判定规则

对全部技术要求进行检验，检验结果中若有一项指标不符合本标准要求时，应重新双倍取样进行复检。复检结果即使有一项不符合标准，整批产品判定为不合格品。

7.5 标志

产品的包装上明显部位应标注：产品名称、用途、重量、生产日期、生产厂家、标准编号。

7.6 包装

产品用编织袋或根据客户要求包装。要求封口严密，包装牢固。