

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5959—2021

生化法处理废(污)水用碳源 乙酸钠

Carbon source for biochemical treatment in sewage and wastewater—Sodium acetate

2021-08-21发布

2022-02-01 实施

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。

本文件由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本文件起草单位:杭州电化集团有限公司、江阴市博成环保科技有限公司、衡阳市建衡实业有限公司、神美科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、蓝保(厦门)水处理科技有限公司、张家港高奇化工生物有限公司、浙江海翔净水科技股份有限公司、浙江科超环保有限公司、宜兴禾大水处理技术有限公司、重庆蓝洁生物技术有限公司、北京博泰至淳生物科技有限公司、山东三加环保新材料有限公司、浙江方圆检测集团股份有限公司、上海恒钛环保科技有限公司、青岛碧沃德生物科技有限公司、安徽科凌沃特水处理技术有限公司、浙江绿野净水剂科技股份有限公司。

本文件主要起草人:方耀、赵阳明、何青峰、周继柱、白莹、陈嘉宾、李龙、沈烈翔、王雷、曹正平、谷飞、汪翠萍、孙涛、鹿燕、汪志恩、辛华鹏、阮伟、俞明华。

生化法处理废(污)水用碳源 乙酸钠

1 范围

本文件规定了生化法处理废(污)水用碳源乙酸钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于生化法处理废(污)水过程中,以冰乙酸、碳酸钠或氢氧化钠为原料合成的用作碳源的乙酸钠溶液。

注: 该产品主要用于废水、污水生化法的脱氮处理过程中有机碳的补充。

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 209 工业用氢氧化钠

GB 210.1 工业碳酸钠及其试验方法第1部分:工业碳酸钠

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1628 工业用冰乙酸

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680-2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 22594-2018 水处理剂 密度测定方法通则

GB/T 33086 水处理剂 砷和汞含量的测定 原子荧光光谱法

GB/T 37883 水处理剂中铬、镉、铅、砷含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱 (ICP—OES) 法 HJ 828—2017 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3. 1

碳源 carben source

可为废(污)水生化处理系统的微生物生长代谢提供营养物的含碳化合物。

4 分子式

CH₃COONa,相对分子质量:82.03(按2018年国际相对原子质量)。

5 原料要求

- 5.1 工业冰乙酸符合 GB/T 1628 规定。
- 5.2 工业氢氧化钠符合 GB/T 209 规定。
- 5.3 工业碳酸钠符合 GB 210.1 规定。
- 5.4 原料不得有与其不相符的气味。

6 技术要求

- 6.1 外观:无色透明液体。
- 6.2 生化法处理废 (污) 水用碳源乙酸钠应符合表 1 的要求。

表 1

项目		指标	
		I 型	II 型
乙酸钠 (CH ₃ COONa) 的质量分数,%	≥	20.0	25. 0
密度 (20℃), g/cm³	≥	1.10	1.12
化学需氧量 (COD _{Cr}), mg/L	≥	1.56×10 ⁵	1.95×10 ⁵
COD 折算比 a		0.70~0.76	
pH值		7.5~9.0	
总磷(以P计)的质量分数,%	€	0.0005	
氨氮(以N计)的质量分数,%	\leq	0.001	
水不溶物的质量分数,%	\leq	0.05	
氯化物(以 Cl 计)的质量分数,%	\leq	0.10	
砷(As)的质量分数,%	\leq	0.0005	
汞(Hg)的质量分数,%	€	0.00002	
铬(Cr)的质量分数,%	€	0.0005	
镉(Cd)的质量分数,%	€	0.0002	
铅(Pb)的质量分数,%	€	0.0005	
*化学需氧量折算成乙酸钠的比值。			

7 试验方法

警告:本试验方法使用的强酸和强碱具有腐蚀性,使用时应避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗,严重者应立即就医。

7.1 通则

本文件中所用试剂和水除非另有规定,应使用分析纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的三级水。

试验中所需的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按GB/T 601、GB/T602、GB/T 603的规定制备。

7.2 外观的检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判断外观。

7.3 乙酸钠含量的测定

7.3.1 方法提要

试样经过量硫酸酸化后,加热去除乙酸,以酚酞溶液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定,测定试样中乙酸钠的含量。

7.3.2 试剂或材料

- 7.3.2.1 无二氧化碳的水。
- 7.3.2.2 氯化钡溶液: 100mg/L。
- 7. 3. 2. 3 硫酸标准溶液: *c* (1/2H₂SO₄) 约 0.1mol/L。
- 7. 3. 2. 4 氢氧化钠标准滴定溶液: c (NaOH) 约 0.1 mol/L。
- 7.3.2.5 酚酞指示液: 10g/L。

7.3.3 试验步骤

- 7. 3. 3. 1 取适量样试置于表面皿中,逐滴加入氯化钡溶液,若出现浑浊,按 7.3.3.2 进行测定。若不出现浑浊,则按 7.3.3.3 进行测定。
- 7. 3. 3. 2 称取约 0.3g 试样,精确至 0.2mg,置于 250mL 锥形瓶中,加入 25mL 无二氧化碳的水。滴加两滴酚酞指示液,若呈粉红色,用硫酸标准溶液滴加至无色。再准确加入 30.00mL 硫酸标准溶液,在电炉上煮沸至近干(若产生白色烟雾,则应重新测定)。冷却至室温后,加入 20mL 无二氧化碳的水,摇匀。滴加两至三滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。同时做空白试验。
- 7. 3. 3. 3 称取约 0.3g 试样,精确至 0.2mg 置于 250mL 锥形瓶中,加入 25mL 无二氧化碳的水。再准确加入 30.00mL 硫酸标准溶液,在电炉上煮沸至近干(若产生白色烟雾,则应重新测定)。冷却至室温后,加入 20mL 无二氧化碳的水,摇匀。滴加两至三滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色。同时做空白试验。

7.3.4 结果计算

乙酸钠含量以质量分数wi计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

 V_0 ——空白试验消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V——试样消耗的氢氧化钠滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c——氢氧化钠标准滴定溶液实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M——乙酸钠的摩尔质量的数值,单位为克(g)(M=82.03);

m——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

7.3.5 允许差

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

7.4 密度的测定

按 GB/T 22594-2018 中第 3 章密度计法测定。

7.5 化学需氧量(COD_{Cr})的测定

7.5.1 方法提要

在水样中加入已知量的重铬酸钾溶液,并在强酸介质下以银盐作催化剂,经沸腾回流后,以试亚铁灵为指示剂,用硫酸亚铁铵滴定水样中未被还原的重铬酸钾,由消耗的重铬酸钾的量计算出消耗氧的质量浓度。

7.5.2 试样溶液的制备

移取10.00mL试样置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。从中移取5.00mL转移至250mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.5.3 试验步骤

移取10.00mL上述试样溶液按HJ 828-2017中9.2规定进行测定。

7.5.4 结果计算

$$\rho = \rho_1 f \dots (2)$$

式中:

 ho_1 ——由HJ 828-2017测得的化学需氧量(COD $_{Cr}$)的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L); f——试验的稀释倍数,(f=500)。

计算结果以科学计算法表示, 保留到小数点后两位。

7.5.4.2 COD 折算比以 N 计, 按式 (3) 计算:

$$N = \frac{\rho \times 10^{-6} / \rho_0}{w_0}$$
 (3)

式中:

 ρ ——试样中化学需氧量(COD_{Cr})的数值,单位为毫克每升(mg/L);

 ρ_0 ——试样中密度的数值,单位为克每立方厘米 (g/cm³);

wi——试样中乙酸钠的质量分数,数值以%表示。

计算结果表示到小数点后两位。

7.6 pH 值的测定

7.6.1 仪器设备

7.6.1.1 酸度计:精度 0.02pH 单位,配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

7.6.1.2 磁力搅拌器。

7.6.2 试验步骤

将样品倒入清洁干燥烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入溶液中,开动搅拌。在已定位的酸度 计上读出 pH 值。

7.7 总磷的测定

7.7.1 方法提要

用硝酸和硫酸消解试样,将总磷全部氧化为磷酸盐。在酸性介质中,磷酸盐与钼酸铵反应,在锑盐存在下生成磷钼杂多酸后,用抗坏血酸还原生成蓝色的络合物磷钼蓝,于700nm波长处用分光光度法测定。

7.7.2 试剂或材料

- 7.7.2.1 硝酸。
- 7.7.2.2 硫酸溶液: 1+1。
- 7.7.2.3 硫酸溶液: 1+18。
- 7.7.2.4 氢氧化钠溶液: 240g/L。
- 7.7.2.5 抗坏血酸溶液: 100g/L。贮存于棕色瓶中,在4℃下可稳定放置两周。
- 7. 7. 2. 6 钼酸铵溶液: 26g/L。称取 13g 钼酸铵和 0.35g 酒石酸锑钾 ($KSbOC_4H_4O_6$ · $1/2H_2O$)溶于 200mL水中,加入 230mL 硫酸溶液(1+1),混匀,冷却后用水稀释至 500mL,混匀,贮存于棕色瓶中。该溶液有效期两个月。
- 7.7.2.7 磷标准溶液 I: 0.1mg/mL(以P计)。
- 7.7.2.8 磷标准溶液 II:2 μ g/mL(以 P 计)。移取 5.00mL 的磷标准贮备溶液于 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。
- 7.7.2.9 酚酞指示液: 10g/L。

7.7.3 仪器设备

分光光度计: 配有 1cm 吸收池。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 校准曲线的绘制

分别取0.00mL(空白)、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL磷标准溶液 II 于六个100mL 锥形瓶中,各加入15mL水,2mL硫酸溶液(1+1)和2mL硝酸,于电炉上缓缓煮沸后持续2min。冷却至室温后加两滴酚酞指示液,滴加氢氧化钠溶液至溶液显红色,再滴加硫酸溶液(1+18)至无色,转移至50mL容量瓶,加1mL抗坏血酸溶液,2mL钼酸铵溶液,用水稀释至刻度。摇匀静置15min。在700nm波长处,用1cm吸收池,以空白为参比测定吸光度,以测得的吸光度为纵坐标,相对应的磷的质量(μg)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

7.7.4.2 测定

称取10g试样,精确至0.2mg,置于100mL锥形瓶中。加入15mL水,加2mL硫酸溶液(1+1),2mL硝酸,于电炉上缓缓煮沸后持续2min。冷却至室温后,加两滴酚酞指示液,滴加氢氧化钠溶液至溶液

显红色,再滴加硫酸溶液(1+18)至无色,转移至50mL 容量瓶,加1mL抗坏血酸溶液,2mL 钼酸铵溶液,用水稀释至刻度。摇匀静置15min。在700nm波长处,用1cm吸收池,以空白为参比测定吸光度。

7.7.5 结果计算

总磷(P)含量以质量分数w2计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \tag{4}$$

式中:

m——从校准曲线查得或回归方程计算出的磷的质量的数值,单位为微克(μ g);

 m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

7.7.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.00005%。

7.8 氨氮的测定

7.8.1 方法提要

游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂反应生成淡红棕色络合物,该络合物的吸光度与氨氮含量成正比,于420nm波长处测量吸光度。

7.8.2 试剂和材料

- 7.8.2.1 无氨的水。
- 7.8.2.2 纳氏试剂。
- 7. 8. 2. 3 酒石酸钾钠溶液: 500g/L。称取 50.0g 酒石酸钾钠($KNaC_4H_6O_6\cdot 4H_20$)溶于 100mL 水中,加热煮沸以驱除氨,充分冷却后稀释至 100mL。
- 7. 8. 2. 4 氨氮标准贮备溶液: $1000\mu g/mL$ 。称取 3.8190g 氯化铵(NH₄Cl,优级纯,在 100°C~105°C干燥 2h),溶于水中,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。可在 2°C~5°C保存一个月。
- 7.8.2.5 氨氮标准溶液: 10μg/mL。移取 5.00mL 氨氮标准贮备溶液于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

7.8.3 仪器设备

分光光度计: 配有 1cm 吸收池。

7.8.4 试验步骤

7.8.4.1 标准曲线的绘制

分别移取0.00mL(空白)、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL和10.00mL氨氮标准工作溶液在六个50mL比色管中,其所对应的氨氮含量分别为0.0μg、20.0μg、40.0μg、60.0μg、80.0μg和100μg,用水稀释至刻度。加入1.0mL酒石酸钾钠溶液,摇匀,再加入1.0mL纳氏试剂,摇匀,放置10min后。在420nm波长处,用1cm吸收池,以空白为参比测定吸光度,以测得的吸光度为纵坐标,相对应的氨氮的质量(μg)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

7.8.4.2 测定

称取5g试样,精确至0.2mg。转移至50mL比色管中,用水稀释至刻度。加入1.0mL酒石酸钾钠溶液,摇匀,再加入1.0mL纳氏试剂,摇匀。放置10min后,在420nm波长处,用1cm吸收池,以空白为参比测定吸光度。在标准曲线上查出或用回归方程计算出试验溶液中氨氮的质量。

7.8.5 结果计算

氨氮含量以质量分数w3计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots (5)$$

式中:

m——从校准曲线查得或回归方程计算出的氨氮的质量的数值,单位为微克(μg);

m0——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

7.8.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.0001%。

7.9 水不溶物的测定

7.9.1 方法提要

试样加水溶解混匀后,经过滤、洗涤、烘干至恒量,由此计算出水不溶物含量。

7.9.2 仪器设备

- 7.9.2.1 坩埚式过滤器:滤板孔径为 5μm~15μm。
- 7.9.2.2 恒温烘箱: 可控制温度 105℃~110℃。

7.9.3 分析步骤

称取20g试样,精确至0.01g。置于250mL烧杯中,加入150mL水,充分搅拌至混合均匀。使用预先于105℃~110℃干燥至恒量的坩埚式过滤器抽滤。用水洗涤至洗涤液呈中性。将坩埚式过滤器于105℃~110℃下干燥至恒量。

7.9.4 结果计算

水不溶物含量以w4,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots (6)$$

式中:

 m_1 ——干燥后坩埚式过滤器和滤渣的质量的数值(μ g);

mo——坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

7.10 氯化物含量的测定

7.10.1 方法提要

以银/氯化银为参比电极,以银电极为指示电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定至出现电位突跃点。 根据滴定曲线和突跃点对应的溶液体积计算氯化物的含量。

7.10.2 试剂或材料

7. 10. 2. 1 硝酸银标准滴定溶液: c(AgNO₃)约 0.01mol/L。

7.10.3 仪器设备

- 7.10.3.1 电位滴定仪。
- 7.10.3.2 银/氯化银参比电极。
- 7.10.3.3 银电极。

7.10.4 试验步骤

移取约2g试样,精确至0.2mg,置于250mL烧杯中,加水至约100mL。将盛有试样的烧杯置电位滴定仪上,用硝酸银标准滴定溶液滴定至终点电位。同时做空白试验。

7.10.5 结果计算

氯化物(以 Cl^- 计)含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots (7)$$

式中:

V——试样消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

 V_0 ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

c——硝酸银标准滴定溶液实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=35.45);

m——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

7.10.6 允许差

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的3%。

7.11 砷、汞含量的测定

按GB/T 33086进行测定。

7.12 镉、铬、铅含量的测定

按GB/T 37883进行测定。

8 检验规则

- 8.1 本文件规定的全部指标项目为型式检验项目,正常生产情况下,每六个月至少进行一次型式检验。其中乙酸钠含量、密度、化学需氧量(COD $_{\rm cr}$)、COD 折算比、 $_{\rm pH}$ 值、总磷含量、氨氮含量、水不溶物含量、氯化物含量应逐批检验。
- 8.2 每批产品应不超过 50t。
- 8.3 按 GB/T 6678—2003 第 7.6 条的规定确定采样单元数。桶装产品采样时,先充分搅匀,用采样器深入桶内 2/3 处采样,总量不少于 1000mL。分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中密封。贴上标签,注明:生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。罐车装产品的采样时,按 GB/T 6680-2003 中 7.1.3 进行采样。
- 8.4 检验结果按 GB/T 8170-2008 规定的修约值比较法进行判定。
- 8.5 如检验结果有指标不符合本文件要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行核验。核验结果即使 只有一项指标不符合本文件要求时,则整批产品为不合格。

9 标志、包装、运输、贮存

- 9.1 乙酸钠包装桶上应有牢固清晰的标志,注明:生产厂名称、产品名称、净质量、批号或生产日期、商标和本文件编号以及 GB191—2008 规定的"向上"、"怕雨"标志。
- 9.2 乙酸钠采用吨桶包装,也可用贮罐车装运。
- 9.3 乙酸钠在运输中应有遮盖物,防止日晒雨淋、受潮,禁止与酸性物质共运。
- 9.4 乙酸钠应贮存在阴凉、干燥处。乙酸钠的贮存期为十二个月。

9