

ICS 71.060.50

G 12

备案号:18159—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3814—2006

工业亚硫酸氢钠

Sodium bisulfite for industrial use

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位：天津惠中化学有限公司、上海马陆化工厂、天津市云海化工有限责任公司、天津出入境检验检疫局、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：胡永泉、杨忠德、胡式云、刘军、陆思伟。

工业亚硫酸氢钠

1 范围

本标准规定了工业亚硫酸氢钠的要求、试验方法、检验规则,标志、标签和包装、运输、贮存。

本标准适用于工业亚硫酸氢钠,该产品主要用于棉织物的漂白,在染料、造纸、制革、化学合成等工业中用作还原剂。还可用于合成有机药物的中间体、除氯剂、媒染剂与消色剂等。

分子式:NaHSO₃

相对分子质量:104.06(按 2001 年国际相对原子质量)

2 引用标准

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标准。

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(eqv ISO 6685:1982)

GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

GB/T 5009.74—2003 食品添加剂中重金属限量试验

GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷的测定(第二法 砷斑法)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946 塑料编织袋

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 要求

3.1 外观:工业亚硫酸氢钠为白色晶体粉末。

3.2 工业亚硫酸氢钠应符合表 1 要求。

表 1 要 求

项 目	指 标
主含量(以 SO ₂ 计)质量分数/%	64.0~67.0
水不溶物质量分数/%	≤ 0.03
氯化物(以 Cl 计)质量分数/%	≤ 0.05
铁(Fe)质量分数/%	≤ 0.004
砷(As)质量分数/%	≤ 0.000 2
重金属(以 Pb 计)质量分数/%	≤ 0.001
pH 值(50 g/L 溶液)	4.0~5.0

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

4.2 一般规定

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 GB/T 6682—1992 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、试剂和制品,在没有注明其他要求时均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

4.3 主含量(以 SO₂ 计)的测定

4.3.1 方法提要

在弱酸性溶液中,用碘将亚硫酸盐氧化成硫酸盐。以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 乙酸溶液:1+3。

4.3.2.2 碘标准溶液: $c(1/2I_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.4 可溶性淀粉:5 g/L 溶液。

4.3.3 分析步骤

迅速称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于预先用移液管加入 50 mL 碘标准溶液及 30 mL~50 mL 水的 250 mL 碘量瓶中,加入 5 mL 乙酸溶液,立即盖上瓶塞,水封,缓缓摇动溶解后,置于暗处放置 5 min。以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时加入约 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

按同样条件进行空白试验。

4.3.4 结果计算

主含量以二氧化硫(SO₂)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V_1)/1000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——二氧化硫(SO₂)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=32.03$)。

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%。

4.4 水不溶物含量的测定

4.4.1 仪器、设备

4.4.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径5 μm~15 μm。

4.4.1.2 电热干燥箱:温度能控制在105℃~110℃。

4.4.2 分析步骤

称取约20 g试样,精确至0.01 g。置于400 mL烧杯中,用约100 mL水溶解。用已于105℃~110℃干燥恒重的玻璃砂坩埚过滤,用60℃~80℃的水洗涤残渣4次~5次,每次用约30 mL水。将坩埚和残渣于105℃~110℃下干燥至恒重。

4.4.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,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0.005%。

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 方法提要

同GB/T 3050—2000第3章。

4.5.2 试剂

同GB/T 3050—2000第4章。

4.5.3 仪器

同GB/T 3050—2000第5章。

4.5.4 分析步骤

称取约0.5 g试样,精确到0.001 g。置于100 mL烧杯中,加10 mL水溶解,加1 mL氢氧化钠(100 g/L)溶液、5 mL过氧化氢,在水浴上蒸干。加40 mL水溶解,以下操作按GB/T 3050—2000第6章规定,自“加1滴溴酚蓝指示液,用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节……”开始进行测定。同时做空白试验。

4.5.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{[(V - V_0) / 1000] c M}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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 0.002 %。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 原理

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.6.2 试剂和溶液

同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

4.6.3 仪器设备

同 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 标准曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 6.3 的规定,使用光程 3 cm 的比色皿及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.6.4.2 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 高型烧杯中,用少量水溶解,加 25 mL 盐酸溶液,在沸水浴蒸干。用水溶解残渣,全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.4.3 空白试验溶液的制备

在 250 mL 高型烧杯中,加少量的水,再加 25 mL 盐酸,在沸水浴中蒸干,用水溶解残渣,全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.4.4 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液和空白试验溶液分别置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—1986 的 5.4.1,从“必要时,加水至 60 mL”开始进行操作。

4.6.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m \times \frac{50}{250} \times 1000} \times 100 = \frac{0.5 \times (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,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 0.000 5 %。

4.7 砷含量的测定

4.7.1 方法提要

同 GB/T 5009.76—2003 的第 8 章。

4.7.2 试剂

同 GB/T 5009.76—2003 的第 8 章。

4.7.3 仪器

同 GB/T 5009.76—2003 的第 10 章。

4.7.4 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 水溶解,加 2 mL 硝酸、1 mL 硫酸,在电炉上蒸发至冒白烟,冷却。加适量水溶解,全部移入测砷装置的锥形瓶中,加水至体积约 25 mL,加 3 mL 盐酸,摇匀。以下按 GB/T 5009.76—2003 的第 11 章进行操作。所呈颜色不得深于标准。

标准是用移液管取 2 mL 砷标准溶液,置于测砷装置的锥形瓶中,加 25 mL 水,加 3 mL 盐酸,摇匀。

与试样同时同样进行操作。

4.8 重金属含量的测定

4.8.1 方法提要

同 GB/T 5009.74—2003 的第 2 章。

4.8.2 试剂

同 GB/T 5009.74—2003 的第 3 章。

4.8.3 仪器

同 GB/T 5009.74—2003 的第 4 章。

4.8.4 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 水溶解,加 2 mL 盐酸,在水浴上蒸发至干,加 5 mL 水,1 mL 盐酸,再在水浴上蒸发至干,加 0.5 mL 冰乙酸溶液,20 mL 水溶解残渣,全部移入 50 mL 比色管中,以下按 GB/T 5009.74—2003 第 6 章进行操作。所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL 铅标准溶液置于 50 mL 比色管中,加 0.5 mL 冰乙酸溶液。与试样同时同样进行操作。

4.9 pH 值的测定

4.9.1 仪器

酸度计:分度值为 0.02pH 单位,并配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极或复合电极。

4.9.2 分析步骤

称取(5±0.1)g 试样,置于 150 mL 烧杯中。加入 100 mL 无二氧化碳的水,搅拌溶解,用酸度计进行测定。

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 0.1pH 单位。

5 检验规则

5.1 本标准要求中规定的所有项目均为出厂检验项目,应逐批检验。

5.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的工业亚硫酸氢钠为一批,每批产品不超过 20 t。

5.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直插入料层深度的 3/4 处采样,将所采样品混匀后,用四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶作为实验样品,另一瓶保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

5.4 工业亚硫酸氢钠应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的要求进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 工业亚硫酸氢钠的包装上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、本标准编号,GB/T 191—2000 中规定的“怕雨”标志。

6.2 每批出厂的工业亚硫酸氢钠应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输和贮存

7.1 工业亚硫酸氢钠采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.07 mm,外包装采

HG/T 3814—2006

用塑料编织袋或复合塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。包装时,将内袋空气排净后,用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,外袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。每袋净装 25 kg 或 50 kg。

7.2 工业亚硫酸氢钠在运输过程中应有遮盖物,避免阳光直射,防止雨淋、受潮。不得与氧化性物品、易燃物品混运。

7.3 工业亚硫酸氢钠应贮存在通风、干燥的库房内,防止雨淋、受潮。不得与氧化性物品、易燃物品混贮。

7.4 工业亚硫酸氢钠在符合本标准包装、贮存、运输的条件下,从生产之日起六个月主含量的损失不应大于 0.5 %。
