

备案号:7255—2000

HG/T 2967—2000

前 言

本标准是非等效采用日本工业标准 JIS K 1419:1958(1988 年确认)《无水亚硫酸钠》,对原化工行业标准 HG/T 2967—1988《无水亚硫酸钠》进行修订而成的。

本标准与日本工业标准的主要技术差异如下:

日本工业标准分为 2 个等级,为了能合理利用资源,本标准分为三个等级,其中优等品各项指标均优于或等同于日本工业标准的 1 级品。

本标准增设了水不溶物含量指标,指标值根据生产和使用情况而定。

本标准与 HG/T 2967—1988 的主要技术差异如下:

对合格品中的铁含量和游离碱(以 Na_2CO_3 计)含量指标进行调整。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2967—1988。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、广东中成化工有限公司。

本标准参加单位:浙江省永嘉县化工厂。

本标准主要起草人:郭凤欣、方胜平。

本标准于 1988 年首次发布为国家标准,1992 年调整为化工行业标准,1997 年转化为 HG/T 2967—1988。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2967—2000

工业无水亚硫酸钠

代替 HG/T 2967—1988

Anhydrous sodium sulphite for industrial use

1 范围

本标准规定了工业无水亚硫酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签以及包装、运输、贮存。

本标准适用于工业无水亚硫酸钠。该产品主要用作鞣革及制革工业和植物纤维漂白剂,工业生产中用作还原剂等。

分子式: Na_2SO_3

相对分子质量: 126.04(按 1997 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 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(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6678—1986 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(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色结晶粉末。

3.2 工业无水亚硫酸钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
亚硫酸钠(Na_2SO_3)含量	≥ 97.0	96.0	93.0
铁(Fe)含量	≤ 0.003	0.005	0.02
水不溶物含量	≤ 0.02	0.03	0.05
游离碱(以 Na_2CO_3 计)含量	≤ 0.10	0.40	0.80
硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)含量	≤ 2.5	—	—
氯化物(以 NaCl 计)含量	≤ 0.10	—	—

4 试验方法

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 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

安全提示:本标准所用强酸强碱均具有腐蚀性,使用者应小心操作,避免溅到皮肤上。如溅到皮肤上,立即用大量水冲洗,严重者及时治疗。

4.1 亚硫酸钠含量的测定

4.1.1 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,用硫代硫酸钠溶液滴定过量的碘。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.2 碘溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)$ 约 0.1 mol/L。

4.1.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.1.2.4 淀粉指示液:5 g/L(使用期为两周)。

4.1.3 分析步骤

迅速称取约 0.2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于预先用滴定管加入 40.00 mL 碘溶液及 30 mL~50 mL 水的 250 mL 碘量瓶中,加入 2 mL 盐酸溶液,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至淡黄色时,加入约 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时作空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚硫酸钠(Na_2SO_3)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_1) \times 0.063\ 02}{m} \times 100 = \frac{6.302 \times c(V - V_1)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.063 02——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(Na_2S_2O_3) = 1.000$ mol/L] 相当的以克表示的亚硫酸钠的质量。

4.1.5 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 0.3%。

4.2 铁含量的测定

4.2.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH 2~9 时,二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物,用分光光度计在最大吸收波长(510 nm)处测量吸光度。

4.2.2 试剂和材料

按 GB/T 3049—1986 第 3 章和盐酸。

4.2.3 仪器、设备

按 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 规定,使用 3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

4.2.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g),置于 150 mL 烧杯中,用 10 mL 水溶解,加入 5 mL 盐酸,在水浴上蒸干。用水溶解残渣后,全部移入 100 mL 容量瓶中。优等品和一等品直接用于测定;合格品用水稀释至刻度,摇匀,用移液管吸取 25 mL,置于 100 mL 容量瓶中再用于测定。

4.2.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并同时处理。

4.2.4.4 测定

在装有试验溶液和空白试验溶液的容量瓶中,加水至 60 mL,以下操作按 GB/T 3049—1986 中 5.4 规定,从“用盐酸溶液或氨水溶液调节 pH 约为 2……,”开始,至“……测量试液和试剂空白溶液的吸光度”为止。

选用 3 cm 吸收池,按 GB/T 3049—1986 中 5.4 规定测量吸光度,根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{0.1 \times (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出试验溶液中铁的质量,mg;

m_2 ——从工作曲线上查出空白试验溶液中铁的质量,mg;

m ——试样的质量,g。

4.2.6 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优等品、一等品不大于 0.000 5%;合格品不大于 0.008%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 仪器、设备

4.3.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

4.3.1.2 电热恒温干燥箱:能控制温度 105℃~110℃。

4.3.2 分析步骤

称取约 25 g 试样(精确至 0.01 g)置于 400 mL 烧杯中,用 250 mL 沸水溶解。盖上表面皿,在沸水浴上保温 1 h。取下放至室温,用已于 105℃~110℃烘干至恒重的玻璃砂坩埚以倾泄法过滤,用热水洗至中性。置于电热恒温干燥箱,在 105℃~110℃烘干至恒重。

4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚的质量,g;

m_2 ——水不溶物与玻璃砂坩埚的质量,g;

m ——试样的质量,g。

4.3.4 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 0.001%。

4.4 游离碱含量的测定

4.4.1 方法提要

试样中加入过氧化氢,将亚硫酸盐氧化,用盐酸标准滴定溶液滴定试样中的游离碱。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 过氧化氢溶液:20%。

以甲基红为指示液,用氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})$ 约0.1 mol/L]中和。

4.4.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约0.1 mol/L。

4.4.2.3 甲基红指示液:1 g/L。

4.4.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为0.02 mL。

4.4.4 分析步骤

称取约2 g试样(精确至0.01 g),置于250 mL锥形瓶中,用20 mL水溶解,加5 mL过氧化氢溶液,摇匀,在水浴上将溶液蒸发至约为原体积的1/2。冷却,加10 mL水、1滴甲基红指示液,使用微量滴定管,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为红色即为终点。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离碱(以 Na_2CO_3 计)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{cV \times 0.05299}{m} \times 100 = \frac{5.299 \times cV}{m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定试验溶液消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.05299——与1.00 mL盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl}) = 1.000$ mol/L]相当的以克表示的游离碱(以 Na_2CO_3 计)的质量。

4.4.6 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优等品不大于0.01%,一等品和合格品不大于0.02%。

4.5 硫酸钠含量的测定

4.5.1 方法提要

在盐酸介质中,氯化钡与试样中的硫酸盐反应生成硫酸钡沉淀,沉淀经过滤、洗涤、干燥、称量后,得出硫酸钠含量。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 盐酸。

4.5.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

4.5.2.3 硝酸银溶液:10 g/L。

4.5.3 分析步骤

称取约1 g试样(精确至0.001 g),置于500 mL烧杯中,加15 mL盐酸,在沸水浴上蒸发至干。用3 mL盐酸和50 mL水溶解残渣。必要时过滤,用水洗涤。将溶液稀释至300 mL,加热至沸。在搅拌下加入20 mL热氯化钡溶液,在沸水浴上保温1 h,冷却。用慢速定量滤纸过滤。用水洗涤至无氯离子(以硝酸银溶液检查)为止。将滤纸连同沉淀移入已恒重的瓷坩埚中,将坩埚倾斜,使空气畅通,灰化。在约700℃下灼烧30 min。在干燥器中冷却后,称量硫酸钡的质量。

4.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸钠(Na_2SO_4)含量(X_5)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 \times 0.6086}{m} \times 100 = \frac{60.86 \times m_1}{m} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中： m_1 ——硫酸钡沉淀的质量，g；

m ——试样的质量，g；

0.608 6——硫酸钡(BaSO_4)换算为硫酸钠(Na_2SO_4)的系数。

4.5.5 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 0.1%。

4.6 氯化钠含量的测定

4.6.1 方法提要

在硝酸介质中，氯化物与硝酸银反应生成混浊的氯化银沉淀溶液，与标准比浊溶液比较。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 30%过氧化氢。

4.6.2.2 硝酸:1+2。

4.6.2.3 糊精溶液:20 g/L。

4.6.2.4 硝酸银溶液:20 g/L。

4.6.2.5 氯化钠标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg NaCl。

称取 0.100 g 于 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.2.6 氯化钠标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg NaCl。

用移液管移取 10 mL 氯化钠标准溶液(4.6.2.5)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.3 仪器、设备

比色管:50 mL。

4.6.4 分析步骤

称取(0.5±0.001) g 试样，置于 200 mL 烧杯中，用 10 mL 水溶解，加 30%过氧化氢 5 mL，放置 5 min，在水浴上蒸发至干。加少量水溶解残渣后，全部转移到 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 10 mL 上述试液，置于比色管中，加水稀释至 20 mL。加 5 mL 硝酸溶液、0.2 mL 糊精溶液和 1 mL 硝酸银溶液，摇匀。所呈浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

标准是取一份 0.5 mL 过氧化氢，在水浴上蒸发至干，用少量水溶解后，移入比色管中，加入 5.00 mL 氯化钠标准溶液(4.6.2.6)，用水稀释至 20 mL，与经处理分取并稀释至 20 mL 后的试样溶液同时同样处理。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 10 t。

5.3 按 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上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500 g，分装于两个清洁干燥的塑料瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品，另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业无水亚硫酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按本标准的规定对所收到的工业无水亚硫酸钠进行验收，验收应在货到之日算起的一个月内进行。

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

5.7 按 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 工业无水亚硫酸钠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、等级、净含量、批号或生产日期、贮存期和本标准编号。

6.2 每批出厂的工业无水亚硫酸钠都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、贮存期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业无水亚硫酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm;外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。

7.2 工业无水亚硫酸钠包装,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.3 工业无水亚硫酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋和受潮。

7.4 工业无水亚硫酸钠应贮存于通风干燥处,避免与强酸及氧化剂接触。

7.5 本品自出厂之日算起,贮存期不得超过半年。
