

ICS 71.060.20; 71.060.30; 71.060.50
G 11; G 12; G 13

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5552~5555—2019

造纸工业用二氧化钛、土壤修复用 过氧化氢、高纯氯化锶 和高纯工业品硝酸 (2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5552—2019	造纸工业用二氧化钛	(1)
HG/T 5553—2019	土壤修复用过氧化氢	(9)
HG/T 5554—2019	高纯氯化锶	(23)
HG/T 5555—2019	高纯工业品硝酸	(39)

ICS 71.060.20
G 13

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5553—2019

土壤修复用过氧化氢

Hydrogen peroxide for soil remediation

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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

本标准起草单位：泰兴菱苏机能新材料有限公司、山东华泰英特罗斯化工有限公司、浙江金科双氧水有限公司、索尔维（镇江）化学品有限公司、浙江水知音环保科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：吴鸣、陈洪祥、李胜利、石焱、俞明华、芮雪、庄爱娟、赵晓萍、王彦。

土壤修复用过氧化氢

1 范围

本标准规定了土壤修复用过氧化氢的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于土壤修复用过氧化氢。该产品用作土壤修复中的氧化剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 1616—2014 工业过氧化氢

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

GB 5009.76—2014 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 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 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB/T 14599—2008 纯氧、高纯氧和超纯氧

GB 15603 常用危险化学品贮存通则

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式： H_2O_2

相对分子质量：34.01（按2016年国际相对原子质量）

4 分类

土壤修复用过氧化氢分为3个型号：10%、30%和50%。

5 要求

5.1 外观：无色透明液体。

5.2 土壤修复用过氧化氢按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标			
	10%	30%	50%	
过氧化氢 $w/\%$	\geq	10.0	30.0	50.0
稳定度 $w/\%$	\geq	97.0		
游离酸（以 H_2SO_4 计） $w/\%$	\leq	0.040		
不挥发物 $w/\%$	\leq	0.060		0.080
磷酸盐（以 PO_4 计）/(mg/kg)	\leq	20	60	100
铅（Pb）/(mg/kg)	\leq	0.01		
砷（As）/(mg/kg)	\leq	0.01		
硝酸盐（以 NO_3 计）/(mg/kg)	\leq	30	90	150
总有机碳（TOC）（以 C 计）/(mg/kg)	\leq	30	90	150

6 试验方法

6.1 警示

本标准的试验中使用的过氧化氢样品以及盐酸、硝酸和硫酸等化学品具有强氧化性、腐蚀性或毒性，操作者应佩戴橡胶手套和护目镜，小心谨慎操作！使用者应小心操作，避免溅到皮肤上。一旦溅在皮肤上立即用大量水冲洗，严重者应立即治疗。

6.2 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—2008 中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观检验

用烧杯盛少许样品，于自然光下用目视法判定外观。

6.4 过氧化氢含量的测定

6.4.1 原理

在酸性介质中，过氧化氢与高锰酸钾发生氧化还原反应。根据高锰酸钾标准滴定溶液的消耗量，计算过氧化氢的含量。

6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 硫酸溶液：1+15。

6.4.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.4.3 试验步骤

用 10 mL~25 mL 的滴瓶以减量法称取约 0.50 g 10% 的过氧化氢试样或 0.16 g 30% 的过氧化氢试样，精确至 0.000 2 g。置于已加有 100 mL 硫酸溶液的 250 mL 锥形瓶中。

用 10 mL~25 mL 的滴瓶以减量法称取 0.8 g~1.0 g 50% 的过氧化氢试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 25 mL 稀释后的溶液，置于已加有 100 mL 硫酸溶液的 250 mL 锥形瓶中。

测定：用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，并在 30 s 内不消失，即为终点。

6.4.4 试验数据处理

10% 的过氧化氢含量或 30% 的过氧化氢含量以过氧化氢 (H_2O_2) 的质量分数 w_1 计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

50% 的过氧化氢含量以过氧化氢 (H_2O_2) 的质量分数 w_1 计，按公式 (2) 计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m \times (25/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

M ——过氧化氢 ($\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}_2$) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=17.01$)；

m ——试料的质量的数值，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 0.10%。

6.5 稳定度的测定

6.5.1 原理

把一定量的试样置于沸水浴上，恒温一定时间，冷却后，加水至原体积，然后测定过氧化氢的含量。

6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 氢氧化钠溶液：100 g/L。

6.5.2.2 硝酸溶液：3+5。

6.5.3 仪器设备

6.5.3.1 烧杯：5 mL 或 10 mL。

6.5.3.2 容量瓶：50 mL，硬质玻璃，带刻度。

6.5.4 试验步骤

6.5.4.1 容量瓶和烧杯的钝化处理：将洗净的容量瓶和烧杯注满氢氧化钠溶液，放置 1 h，再用水充分洗净后，注满硝酸溶液，放置 3 h，然后用水充分洗净，最后用过氧化氢试样洗净。

6.5.4.2 测定：将试样加入到容量瓶中至刻度，瓶颈上部套上聚四氟乙烯脱脂生料带，用烧杯盖在瓶口上，然后置于沸水浴中（瓶内的液面应保持在水浴水面以下），加热 5 h。迅速冷却至室温，加水至刻度，摇匀。按 6.4 的规定测定过氧化氢含量。

6.5.5 试验数据处理

稳定度 s ，按公式（3）计算：

$$s = \frac{w_1'}{w_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_1' ——6.5 中测定的过氧化氢的质量分数；

w_1 ——6.4 中测定的过氧化氢的质量分数。

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 0.8%。

6.6 游离酸含量的测定

6.6.1 原理

以甲基红-亚甲基蓝为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样中的游离酸，从而测定试样中游离酸含量。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 无二氧化碳的水。

6.6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.6.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

6.6.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL。

6.6.4 试验步骤

称取约 40 g 试样，精确至 0.01 g。用 50 mL 无二氧化碳的水将试样全部移入锥形瓶中，加入 2 滴～3 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液所呈紫红色消失即为终点。

6.6.5 试验数据处理

游离酸含量以硫酸（ H_2SO_4 ）的质量分数 w_2 计，按公式（4）计算：

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

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

M ——硫酸($\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=49.04$);

m ——试料的质量的数值,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 0.001%。

6.7 不挥发物的测定

按 GB/T 1616—2014 中 5.5 进行测定和试验数据处理。

6.8 磷酸盐的测定

6.8.1 原理

磷在酸性条件下与钼酸铵结合生成磷钼酸铵,此化合物被氯化亚锡-硫酸肼还原成蓝色化合物钼蓝。钼蓝在波长 660 nm 处的吸光度与磷的浓度成正比。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 硫酸溶液: 5%。

6.8.2.2 钼酸铵溶液: 50 g/L。

6.8.2.3 氯化亚锡-硫酸肼溶液。

称取 0.1 g 氯化亚锡、0.2 g 硫酸肼,加硫酸溶液 (3+90) 溶解并稀释至 100 mL。此溶液置于棕色瓶中。

6.8.2.4 磷标准溶液: 1 mL 溶液含磷 (P) 0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的磷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.8.3 仪器设备

6.8.3.1 分光光度计: 配备 1 cm 光程的吸收池。

6.8.3.2 瓷蒸发皿: 75 mL。

6.8.4 试验步骤

6.8.4.1 标准曲线的绘制

准确吸取磷标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、9.00 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中,各加约 15 mL 水、5 mL 硫酸溶液、4 mL 钼酸铵溶液、1 mL 氯化亚锡-硫酸肼溶液,分别用水稀释至刻度,混匀。在室温放置 20 min 后,用 1 cm 比色皿,在波长 660 nm 处,以试剂空白作参比,测定其吸光度。以磷的质量 (mg) 为横坐标、对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.8.4.2 试样的测定

称取约 30 g 试样,精确至 0.01 g。水浴蒸发至干,用 5 mL 硫酸溶液溶解残渣后,转移至 50 mL 容量瓶中,然后按照 6.8.4.1 加入“4 mL 钼酸铵溶液、……”至操作结束,从标准曲线上查得磷的

质量 (mg)。同时同样制备空白试验溶液。

6.8.5 试验数据处理

磷酸盐含量以磷酸根 (PO_4) 的质量分数 w_3 计, 数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示, 按公式 (5) 计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 3.066 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中磷的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中磷的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

3.066——磷的质量换算为磷酸根的质量的系数;

m ——试料的质量的数值, 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相对差值不大于 5%。

6.9 铅含量的测定

6.9.1 原理

试样经分解、酸化后, 注入原子吸收分光光度计石墨炉中, 电热原子化后吸收波长 283.3 nm 共振线, 在一定浓度范围其吸光度与铅含量成正比, 与标准系列比较定量。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 硝酸溶液: 0.5%。

取 3.2 mL 硝酸 (优级纯), 加入 50 mL 水中, 稀释至 100 mL。

6.9.2.2 铅标准贮备液: 1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

6.9.2.3 铅标准使用液: 1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.001 mg。

用移液管移取 10 mL 铅标准贮备液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液现用现配。

6.9.2.4 水: 符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

6.9.2.5 铂片或铂丝: 铂 (Pt) 含量不小于 99.95%。

6.9.3 仪器设备

6.9.3.1 原子吸收光谱仪: 配有石墨炉和铅空心阴极灯。

6.9.3.2 瓷蒸发皿: 100 mL。

6.9.4 试验步骤

6.9.4.1 仪器条件

根据仪器性能, 调至其最佳状态。参考条件: 波长 283.3 nm; 狭缝 0.7 nm; 灯电流 8 mA; 干燥温度 120 °C, 20 s; 灰化温度 450 °C, 持续 15 s~20 s; 原子化温度 1 600 °C~1 800 °C, 持续 4 s~5 s; 背

景校正为氘灯。

6.9.4.2 标准曲线的绘制

准确移取铅标准使用液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，置于 6 只 50 mL 容量瓶中，分别用硝酸溶液稀释至刻度并摇匀。按顺序依次导入石墨炉，依据仪器条件测定标准曲线溶液的吸光度值。以铅的质量浓度 ($\mu\text{g/L}$) 为横坐标、对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.9.4.3 试验溶液的制备

称取约 100 g 试样，精确至 0.001 g。置于盛有铂片或铂丝的瓷蒸发皿中，在沸水浴上蒸干后，用 25 mL 硝酸溶液溶解残渣，并转移至 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。同时同样制备空白试验溶液。依据仪器条件分别测定吸光度，从曲线上查出对应的铅的质量浓度 ($\mu\text{g/L}$)。

6.9.5 试验数据处理

铅含量以铅 (Pb) 的质量分数 w_4 计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (6) 计算：

$$w_4 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50 \times 10^{-3}}{m} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ρ_1 ——试验溶液中铅的质量浓度的数值，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

ρ_0 ——空白试验溶液中铅的质量浓度的数值，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

m ——试料的质量的数值，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相对差值不大于 20%。

6.10 砷含量的测定

称取约 100 g 试样，精确至 0.001 g。置于瓷蒸发皿中，于水浴上蒸发近干。冷却后用硫酸溶液 (1+9) (约 12 mL) 分次将残留物转移至 25 mL 容量瓶中，加入 2.5 mL 硫脲溶液 (50 g/L)，用水稀释至刻度后摇匀。同时同样制备空白试验溶液。然后按照 GB 5009.76—2014 中 12.2 制备标准系列溶液，按照 GB 5009.76—2014 中 12.3 进行测定，并按照 GB 5009.76—2014 中第 13 章进行试验数据处理。

6.11 硝酸盐含量的测定

按 GB/T 1616—2014 中 5.8 进行测定和试验数据处理。

6.12 总有机碳 (TOC) 含量的测定

6.12.1 原理

注射样品到燃烧炉高温区，样品中总有机碳在催化剂和氧气氛围中分解为二氧化碳，产生的二氧化碳通过干燥单元干燥后输送到非色散红外检测器。使用标准曲线法测定样品中的总碳含量和无机碳含量。总有机碳 (TOC) 等于总碳 (TC) 减去无机碳 (IC)。

6.12.2 试剂或材料

6.12.2.1 总碳标准溶液：1 mL 溶液含碳 (C) 1.0 mg。

称取 2.125 g 在 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 的基准邻苯二甲酸氢钾，加无二氧化碳的水溶解，移入 1 000

mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

6.12.2.2 无机碳标准储备溶液：1 mL 溶液含碳（C）1.0 mg。

称取 4.41 g 在 280 ℃～290 ℃干燥 1 h 的基准碳酸钠，再称取 3.50 g 在硅胶干燥器中干燥 2 h 的碳酸氢钠，加无二氧化碳的水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

6.12.2.3 无机碳标准使用溶液：1 mL 溶液含碳（C）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 无机碳标准储备溶液（见 6.12.2.2），置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

6.12.2.4 无二氧化碳的水。

6.12.3 仪器设备

总有机碳（TOC）分析仪：使用的高纯氧符合 GB/T 14599—2008 的要求。

6.12.4 试验步骤

6.12.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 总碳标准溶液，置于 5 只 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积。从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标、对应的峰面积为纵坐标，绘制总碳标准曲线。

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 无机碳标准使用溶液，置于 5 只 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积。从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标、对应的峰面积为纵坐标，绘制无机碳标准曲线。

6.12.4.2 测定

按 GB/T 4472 的规定测定试样的密度。

将测定过密度的试样导入总有机碳（TOC）分析仪，经仪器测定并计算得出试样的总有机碳的质量浓度（mg/L）。

6.12.5 试验数据处理

总有机碳含量以碳（C）的质量分数 w_5 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（7）计算：

$$w_5 = \frac{T_{\text{TOC}}}{\rho} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

T_{TOC} ——试样测定时总有机碳（TOC）分析仪给出的总有机碳的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ ——按 GB/T 4472 的规定测得的试样的密度的数值，单位为克每立方厘米（g/cm³）。

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相对差值不大于 20%。

7 检验规则

7.1 要求中规定的所有指标均为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 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土壤修复用过氧化氢为一批。每批产品不超过 1 000 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。桶装产品用玻璃或聚乙烯塑料制成的采样管从桶口采样，贮罐和槽车按 GB/T 6680 的规定采样，所采样品不少于 500 mL。混匀后分装于两个经钝化处理的清洁、干燥的聚乙烯或硬质玻璃瓶中。瓶上粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、型号、批号或生产日期、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验；另一瓶保存备查，保留时间由生产企业根据实际需要确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的数值修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 土壤修复用过氧化氢产品包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 190—2009 所规定的“氧化性物质”和“腐蚀性物质”标志、GB/T 191—2008 所规定的“向上”“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的土壤修复用过氧化氢都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 土壤修复用过氧化氢应采用符合 GB 12463—2009 中规定的Ⅱ类包装。各种包装容器的盖上应有排气孔。每桶净含量 25 kg、50 kg，或根据需求满足上述相应类别的其他规格。

9.2 土壤修复用过氧化氢在运输过程中应防止日光照射或受热，不能与易燃品和还原剂混运。如出现容器破裂或渗漏现象，应用大量水冲洗。

9.3 土壤修复用过氧化氢的贮存应符合 GB 15603 中规定的要求。

9.4 土壤修复用过氧化氢保质期为 6 个月。逾期检验合格，仍可继续使用。