

ICS 71.060.50
G 12
备案号:38605—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2784—2012

代替 HG/T 2784—1996

工业用亚硫酸铵

Ammonium sulfite for industrial use

www.docin.com

2012-12-28 发布

2013-06-01 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。

本标准代替 HG/T 2784—1996《工业用亚硫酸铵》，与 HG/T 2784—1996 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 删除了采样的要求（见 1996 年版的第 4 章）；
- 修改了测定一水亚硫酸铵时碘溶液的要求（见 4.2.2.2.1, 1996 年版的 5.1.2.2.2）；
- 修改了测定硫酸铵配制甲醛溶液用的氢氧化钠溶液的要求（见 4.2.3.2.1, 1996 年版的 5.1.3.2.7）；
- 修改了计算公式（见第 4 章, 1996 年版的第 5 章）；
- 修改了测定硫酸铵质量分数的允许差的规定（见 4.2.5, 1996 年版的 5.1.3）；
- 增加了检验规则（见第 5 章）；
- 删除了标签的规定，增加了运输和贮存的规定（见第 6 章, 1996 年版的第 6 章）。

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硫和硫酸分技术委员会（SAC/TC63/SC7）归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、江苏省产品质量监督检验研究院、淮安市产品质量监督检验所、山东省产品质量监督检验研究院。

本标准主要起草人：吴小莲、邱爱玲、张晓强、冯俊婷、陈长毅、邹惠玲、王伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- ZB/T G12 003—1987、HG/T 2784—1996。

www.docin.com

工业用亚硫酸铵

警告——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者应严格按照有关规定正确使用,并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了工业用亚硫酸铵的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于以碳酸氢铵或其他氨源与二氧化硫反应制得的固体亚硫酸铵和液体亚硫酸铵产品。

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,仅所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/T 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 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 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/T 8946 塑料编织袋
- GB/T 8947 复合塑料编织袋
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

3 要求

3.1 固体亚硫酸铵

固体亚硫酸铵应符合表 1 的要求。

表 1

项目	指标	
	一等品	合格品
外观	白色或淡黄色结晶	
一水亚硫酸铵的质量分数/%	≥ 90.0	85.0
亚硫酸氢铵或碳酸氢铵的质量分数/%	≤ 0.5	1.0
硫酸铵的质量分数/%	≤ 5.0	7.0

3.2 液体亚硫酸铵

液体亚硫酸铵应符合表 2 的要求。

表 2

项目	指标	
	一等品	合格品
外观	淡黄色液体	
亚硫酸铵的质量分数/%	≥ 34.0	30.0
pH 值	≥ 7.8	7.5

4 试验方法

4.1 通则

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.2 固体亚硫酸铵的测定

4.2.1 外观

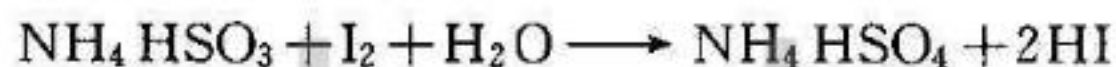
用目视法测定。

4.2.2 一水亚硫酸铵质量分数的测定

4.2.2.1 原理

在中性或弱酸性溶液中,碘将试液中的亚硫酸铵和亚硫酸氢铵分别氧化成硫酸铵和硫酸氢铵,然后以淀粉溶液作指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘,滴定至溶液蓝色刚消退为终点。由硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗量,计算一水亚硫酸铵的质量分数。

反应式为:



4.2.2.2 试剂

4.2.2.2.1 碘溶液:254 g/L。

4.2.2.2.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.2.3 淀粉指示液:10 g/L。

4.2.2.3 分析步骤

用差减法迅速称取 0.10 g ~ 0.15 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于盛有 25.00 mL 碘溶液(4.2.2.2.1)的 250 mL 碘量瓶中,摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.2.2.2.2)滴定至溶液呈淡黄色后,加入 2 mL 淀粉指示液(4.2.2.2.3),继续滴定至溶液蓝色刚消退为终点。保留此溶液 A,以备测定硫酸铵的质量分数。

在进行上述测定的同时,作空白试验。

4.2.2.4 结果计算

一水亚硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 w_1 ,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V_1)/1\,000]cM/2}{m} \times 100 - 1.353\,5w_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.2.2.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——测定消耗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 ——水亚硫酸铵的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=134.15$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——按 4.2.3 测定的亚硫酸氢铵的质量分数的数值,以%表示;

1.353 5——亚硫酸氢铵(NH_4HSO_3)换算成一水亚硫酸铵[(NH_4) $_2\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$]的系数。

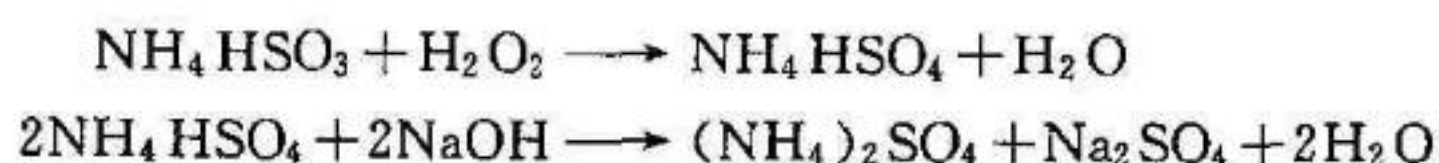
取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.40 %。

4.2.3 亚硫酸氢铵质量分数的测定

4.2.3.1 原理

试料中亚硫酸氢铵被过氧化氢氧化生成硫酸氢铵,然后以甲基红-靛蓝混合液作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈黄绿色为终点。由氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算出亚硫酸氢铵的质量分数。

反应式为:



4.2.3.2 试剂

4.2.3.2.1 过氧化氢溶液:3 %。以甲基红-靛蓝混合指示剂(4.2.3.2.3)作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.3.2.2)中和溶液至溶液由红色变为黄绿色。

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

4.2.3.2.3 甲基红-靛蓝混合指示剂:以一份甲基红指示剂(1 g/L)加两份靛蓝乙醇溶液(1 g/L)混合配制而成。其中靛蓝乙醇溶液(1 g/L)的配制方法为:称取 0.1 g 靛蓝溶于 100 mL 乙醇(95 %)溶液中。

4.2.3.3 分析步骤

用差减法迅速称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于盛有 15 mL 过氧化氢溶液(4.2.3.2.1)和约 30 mL 水的 250 mL 三角瓶中,摇匀。加入 5 滴甲基红-靛蓝混合指示剂(4.2.3.2.3),此时溶液呈红色,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.3.2.2)滴定至溶液呈黄绿色为终点。

4.2.3.4 结果计算

亚硫酸氢铵(NH_4HSO_3)的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——测定消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.3.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——亚硫酸氢铵的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=99.11$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

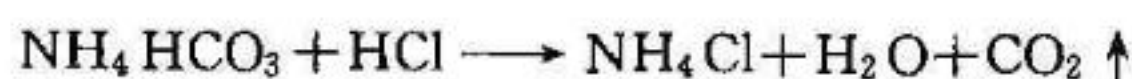
取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10 %。

4.2.4 碳酸氢铵质量分数的测定

4.2.4.1 原理

根据酸碱中和反应原理,以甲基红-靛蓝混合液作指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色为终点。由盐酸标准滴定溶液的消耗量计算出碳酸氢铵的质量分数。

反应式为:



4.2.4.2 试剂

4.2.4.2.1 过氧化氢溶液:3%,同4.2.3.2.1。

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

4.2.4.2.3 甲基红-靛蓝混合指示剂:同4.2.3.2.3。

4.2.4.3 分析步骤

用差减法迅速称取约0.5 g试样,精确至0.000 1 g,置于盛有15 mL过氧化氢溶液(4.2.4.2.1)和约30 mL水的250 mL三角瓶中,摇匀。加入5滴甲基红-靛蓝混合指示剂(4.2.4.2.3),此时溶液呈黄绿色。用盐酸标准滴定溶液(4.2.4.2.2)滴定至溶液呈微红色为终点。

4.2.4.4 结果计算

碳酸氢铵(NH_4HCO_3)的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——测定消耗盐酸标准滴定溶液(4.2.4.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——碳酸氢铵的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=79.06$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

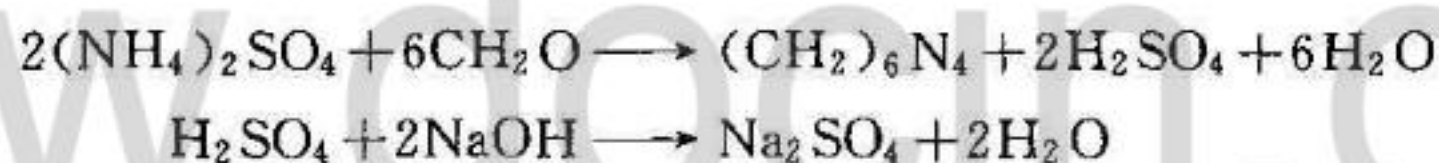
取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.10%。

4.2.5 硫酸铵质量分数的测定

4.2.5.1 原理

试料中的硫酸铵与甲醛反应,生成六亚甲基四胺和与硫酸铵等物质的量的硫酸,以酚酞-百里香酚蓝混合溶液作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈紫色为终点。由氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算出硫酸铵的质量分数。

反应式为:



4.2.5.2 试剂

4.2.5.2.1 甲醛中性溶液:1+1。

以酚酞-百里香酚蓝混合指示剂(4.2.5.2.4)为指示剂,用氢氧化钠溶液(4.2.5.2.2)中和至溶液呈紫色。如果溶液体积大于100 mL则用pH计测出,使溶液的pH值为8.5。

警告——本试剂会散发出具有强烈刺激性的有毒气体,操作时要在通风橱内进行,并采取一定的保护措施。

4.2.5.2.2 氢氧化钠溶液:80 g/L。

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

4.2.5.2.4 酚酞-百里香酚蓝混合指示剂:以一份酚酞(50 g/L)和一份百里香酚蓝(50 g/L)混合配制而成。

4.2.5.2.5 甲基红指示液:1 g/L。

4.2.5.3 分析步骤

在测定一水亚硫酸铵后的溶液A(4.2.2.3)中,加入一滴甲基红指示液(4.2.5.2.5),此时溶液呈红色,用氢氧化钠溶液(4.2.5.2.2)调至微红色后,再用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.5.2.3)中和至溶液刚呈黄色,立即加入10 mL甲醛中性溶液(4.2.5.2.1),充分摇匀后放置3 min,加入5滴酚酞-百里香酚蓝混合指示剂(4.2.5.2.4),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.5.2.3)滴定至溶液呈紫色为终点。

4.2.5.4 结果计算

4.2.5.4.1 若试样中存在亚硫酸氢铵,硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 的质量分数 w_4 ,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(V/1\,000)cM/2}{m} \times 100 - 0.985\,0w_1 - 0.666\,6w_2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V ——测定消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.5.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硫酸铵的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=132.13$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——按4.2.2测定的一水亚硫酸铵的质量分数的数值,以%表示;

w_2 ——按4.2.3测定的亚硫酸氢铵的质量分数的数值,以%表示;

0.985 0——一水亚硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 换算成硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 的系数;

0.666 6——亚硫酸氢铵 $(\text{NH}_4\text{HSO}_3)$ 换算成硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.40%。

4.2.5.4.2 若试样中存在碳酸氢铵,硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 的质量分数 w_4 ,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(V/1\,000)cM/2}{m} \times 100 - 0.985\,0w_1 - 0.835\,7w_3 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V ——测定消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.5.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硫酸铵的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=132.13$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——按4.2.2测定的一水亚硫酸铵的质量分数的数值,以%表示;

w_3 ——按4.2.4测定的碳酸氢铵的质量分数的数值,以%表示;

0.985 0——一水亚硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 换算成硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 的系数;

0.835 7——碳酸氢铵 $(\text{NH}_4\text{HCO}_3)$ 换算成硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.40%。

4.3 液体亚硫酸铵的测定

4.3.1 外观

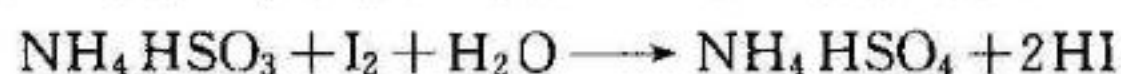
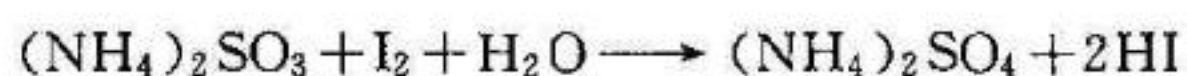
用目视法测定。

4.3.2 亚硫酸铵质量分数的测定

4.3.2.1 原理

在中性或弱酸性溶液中,碘将试液中的亚硫酸铵和亚硫酸氢铵分别氧化成硫酸铵和硫酸氢铵,然后以淀粉溶液作指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘,滴定至溶液蓝色刚消退为终点。由硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗量,计算亚硫酸铵的质量分数。

反应式为:



4.3.2.2 试剂

4.3.2.2.1 碘溶液:254 g/L。

4.3.2.2.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.3.2.2.3 淀粉指示液:10 g/L。

4.3.2.3 分析步骤

称取约 0.6 g 试样,精确至 0.000 1 g,放入盛有约 150 mL 水的 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。量取 5.00 mL 上述溶液,注入盛有 25.00 mL 碘溶液(4.3.2.2.1)的 250 mL 碘量瓶中,摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.3.2.2.2)滴定至溶液呈淡黄色后,加入 2 mL 淀粉指示液(4.3.2.2.3),继续滴定至溶液蓝色刚刚消退为终点。

在进行上述测定的同时,作空白试验。

4.3.2.4 结果计算

亚硫酸铵的质量分数 w_5 ,数值以 % 表示,按公式(6)计算:

$$w_5 = \frac{[(V_0 - V_1)/1000]cM/2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.3.2.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——测定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.3.2.2.2)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 ——亚硫酸铵的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=116.14$);

m ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.15 %。

4.3.3 pH 值的测定

按 GB/T 9724 的规定进行测定。

5 检验规则

5.1 固体亚硫酸铵一般以当日生产同一规格的成品数量为一批,最大批量不超过 20 t。生产企业应保证每批出厂的产品符合本标准的要求;装于铁路槽车或贮罐及汽车槽车的液体亚硫酸铵,以每一车或一罐为一批。

5.2 出厂的每批固体及液体亚硫酸铵应由生产企业的质量监督检验部门进行检验,保证出厂产品各项指标符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书或产品合格证,内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、生产日期或批号、产品等级、净含量、本标准编号等。

5.3 袋装固体亚硫酸铵按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数,从选出袋件中,用取样器插入 2/3 深处采样,取出的试样用四分法缩分至 1 000 g 左右;装于铁路槽车或贮罐及汽车槽车的液体亚硫酸铵按 GB/T 6680 中的规定进行采样,采样体积应不少于 500 mL。将样品分别装于两个清洁、干燥的具塞棕色广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存一个月备查。

5.4 检验结果按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定是否符合本标准。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求,应重新自两倍量的包装中或取样点上取样复验,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。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

工业用亚硫酸铵的包装物上应有牢固、明显的标志,内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、商

标、等级、出厂日期或批号、产品净含量和 GB/T 191—2008 规定的“怕晒”标志等。

6.2 包装

6.2.1 固体亚硫酸铵采用内衬符合 GB/T 8946 规定的暗色高密度聚乙烯或聚丙烯塑料袋,外袋符合 GB/T 8947 规定的高密度聚乙烯或聚丙烯复合塑料袋包装,内袋热合封口或用细绳扎口。每包净含量 25 kg、40 kg 或 50 kg。

6.2.2 液体亚硫酸铵可装于铁路槽车、汽车槽车或塑料容器中,充装体积为容器容积的 85 %。

6.3 运输

6.3.1 固体亚硫酸铵在运输过程中不得破包,避免太阳直接暴晒。

6.3.2 液体亚硫酸铵可装于铁路槽车、汽车槽车或塑料容器中运输,容器内的温度应保持在 60 ℃ 以下,避免太阳直接暴晒。槽车应定期清理并干燥。

6.4 贮存

6.4.1 固体亚硫酸铵应存放于阴凉处,在保管过程中不得破包,有效贮存期为一个月。

6.4.2 液体亚硫酸铵宜贮存于塑料容器内,置于干燥阴凉通风处。

www.docin.com

www.docin.com

中华人民共和国

化工行业标准

工业用亚硫酸铵

HG/T 2784—2012

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数16千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1459

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究

BZ 0100616

