

ICS 71.060.30
G 11
备案号: 55300—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5026—2016

氯碱工业回收硫酸

Recycled sulphuric acid from chlor-alkali industry

2016-07-11 发布

2017-01-01 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硫和硫酸分技术委员会（SAC/TC63/SC7）归口。

本标准起草单位：新疆中泰（集团）有限责任公司、青岛海晶化工集团有限公司、山东大地盐化集团有限公司、江苏索普（集团）有限公司、南化集团研究院、锦西化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：陈沛云、李富荣、梁斌、郎需霞、孙文勇、葛立新、马续娟、冯俊婷。

氯碱工业回收硫酸

警告：本产品属于强酸，具有强腐蚀性、灼伤性。

1 范围

本标准规定了氯碱工业回收硫酸的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于氯碱生产过程中回收的硫酸。

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 危险货物包装标志
- 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 15258 化学品安全标签编写规定

3 要求

氯碱工业回收硫酸应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标
外观	无色或浅黄色液体
硫酸(H ₂ SO ₄), w/%	≥ 70.0
游离氯(以 Cl 计), w/%	≤ 0.1

4 试验方法

4.1 一般规定

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 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

HG/T 5026—2016

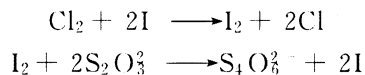
4.2 外观的测定

自然光下目视观察。

4.3 硫酸和游离氯质量分数的测定

4.3.1 原理

在酸性介质中，游离氯与碘化钾反应析出碘，以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色消失为终点，测定游离氯质量分数。反应式如下：



于滴定完游离氯的试液中，以甲基红-亚甲基蓝为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定，测定硫酸质量分数。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 碘化钾溶液：100 g/L。

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

4.3.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01\text{ mol/L}$ 。

量取适量的硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 4.3.2.2），稀释 10 倍。此溶液临用前配制。

4.3.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

4.3.2.5 淀粉指示液：10 g/L。

4.3.2.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 微量滴定管：5 mL，具有 0.02 mL 的分度值。

4.3.3.2 滴定管：50 mL，具有 0.1 mL 的分度值。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 试样溶液的制备

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 1 g。小心移入盛有约 50 mL 水的 250 mL 碘量瓶中，冷却至室温。

4.3.4.2 游离氯质量分数的测定

向试样溶液中加入 10 mL 碘化钾溶液，水封，于暗处放置 5 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 4.3.2.3）滴定至溶液呈淡黄色，加入 1 mL 淀粉指示液，溶液呈蓝色，继续滴定至蓝色消失并 30 s 不褪色为终点，记录体积为 V_1 。保留此溶液用于硫酸质量分数的测定。

同时做空白试验。

4.3.4.3 硫酸质量分数的测定

继续于滴定完游离氯的试液（见 4.3.4.2）中滴加 2 滴～5 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呈灰绿色为终点。

4.3.5 结果计算

4.3.5.1 游离氯以氯（Cl）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)c_1M_1}{1\,000\,m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：
V₁——试样滴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）；
V₀——空白滴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）；
c₁——硫代硫酸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——试样的质量的数值，单位为克（g）；
M₁——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（M=35.453）。

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应不大于 0.02 %。

4.3.5.2 硫酸（H₂SO₄）的质量分数 w₂，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{V_2c_2M_2}{2\,000\,m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：
V₂——试样滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
c₂——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——试样的质量的数值，单位为克（g）；
M₂——硫酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（M=98.08）。

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应不大于 0.20 %。

5 检验规则

- 5.1 产品按批检验，生产企业以每一贮罐（槽）为一批，用户以同一批次收到的产品为一批。生产企业应保证每批出厂的产品符合本标准的要求。每批出厂的产品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、批号、批量、本标准编号等。
- 5.2 按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定进行采样，取样总量不得少于 200 mL。将取得的样品混合均匀，装入清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中，瓶上贴上标签，注明产品名称、生产企业名称、批号、采样日期、采样者姓名等。
- 5.3 本标准规定的全部项目为出厂检验项目，应逐批检验。
- 5.4 检验结果按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定是否符合本标准的要求。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求，应重新自同批产品中加倍量采样进行复验。复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求，则该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

- 6.1 每批出厂硫酸的包装容器上应有清晰的符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标志和符合 GB 15258 规定的安全标签。
- 6.2 产品应装于内衬耐酸、耐腐蚀材料的专用槽车（船）内运输，槽车（船）应定期清理。产品也可装于其他耐酸包装容器（如塑料桶）内运输，其容器大小按供需双方要求而定，容器应用耐酸材料的盖密封。
- 6.3 产品应与易燃和可燃物、还原剂、碱类、金属粉末等分开存放，不可混贮。

7 安全

- 7.1 产品属于强酸，具有强腐蚀性、灼伤性，操作时应穿戴防护眼镜、手套和防护服，工作现场应

HG/T 5026—2016

备有应急水源。

7.2 严格遵守国家有关消防、危险品的安全条例。每批出厂的产品应附有安全技术说明书。

7.3 产品应避免与有机物、金属粉末等接触。当用槽车（船）运输时，禁止在容器附近抽烟或动用明火。
