

ICS 71.080.40

G 17

备案号: 65336~65337—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5400~5401—2018

工业甲基磺酸铅和工业甲基磺酸铜 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5400—2018	工业甲基磺酸铅	(1)
HG/T 5401—2018	工业甲基磺酸铜	(13)

ICS 71.080.40
G 17
备案号: 65336—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5400—2018

工业甲基磺酸铅

Lead methanesulfonate for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 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：中石化南京化工研究院有限公司、淮安市产品质量监督综合检验中心、山东省产品质量检验研究院。

本标准主要起草人：冯俊婷、汤立忠、邱爱玲、王洁、姚业峰、赵接红、吴彬。

工业甲基磺酸铅

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了工业甲基磺酸铅的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以甲基磺酸和氧化铅为原料生产的工业甲基磺酸铅，其他工艺生产的甲基磺酸铅也可参照执行本标准。

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- 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

3 技术要求

工业甲基磺酸铅[$(\text{CH}_3\text{SO}_3)_2\text{Pb}$]应符合表1的要求。

表 1

项 目	技术指标
外观	无色透明液体
甲基磺酸铅 $[(\text{CH}_3\text{SO}_3)_2\text{Pb}]$ 的质量分数/% \geq	53.0
游离甲基磺酸 $(\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H})$ 的质量分数/% \leq	3.0
铁 (Fe) /(mg/kg) \leq	10
铜 (Cu) /(mg/kg) \leq	2
镉 (Cd) /(mg/kg) \leq	2
锌 (Zn) /(mg/kg) \leq	5
镍 (Ni) /(mg/kg) \leq	5
硫酸盐 (以 SO_4^{2-} 计) /(mg/kg) \leq	30
氯化物 (以 Cl^- 计) /(mg/kg) \leq	10

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,均指分析纯试剂和按 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.2 外观

在自然光下,取 2 mL 试样,置于白色衬底的表面皿上,在非阳光直射处以目视观察。

4.3 甲基磺酸铅的质量分数的测定

4.3.1 原理

在 pH 值为 5~6 的条件下,用抗坏血酸还原溶液中的铁、铜等高价金属离子,以二甲酚橙为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定试料溶液中的铅。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 抗坏血酸。

4.3.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: pH \approx 6。

4.3.2.3 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.3.2.4 二甲酚橙指示液: 2 g/L。

4.3.3 试验步骤

用已称量的带磨口盖的小称量瓶称取约 0.7 g 试样,精确到 0.000 1 g。将称量瓶和试料一起小心

移入盛有约 50 mL 水的 250 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、0.2 g 抗坏血酸、5 滴二甲酚橙指示液,用水稀释至约 100 mL,用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为黄色为终点。

注 1: 以 g/L 表示的铅含量的测定方法参见附录 A。

4.3.4 试验数据处理

甲基磺酸铅 $[(\text{CH}_3\text{SO}_3)_2\text{Pb}]$ 的质量分数 w_1 ,按公式(1)计算:

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

式中:

V ——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升 (mol/L);

M ——甲基磺酸铅的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=397.40$);

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,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.50 %。

4.4 游离甲基磺酸的质量分数的测定

4.4.1 原理

以甲基橙为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定试料溶液,计算出游离甲基磺酸的质量分数。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.05\text{ mol/L}$ 。

4.4.2.2 甲基橙指示液: 2 g/L。

4.4.3 试验步骤

称取约 1 g 试样,精确到 0.000 1 g。置于 250 mL 锥形瓶中,加水至约 100 mL,滴加 2 滴~3 滴甲基橙指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

4.4.4 试验数据处理

游离甲基磺酸 $(\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H})$ 的质量分数 w_2 ,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{VcM}{1\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——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 ——甲基磺酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=96.11$);

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为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05 %。

4.5 铁、铜、镉、锌、镍的质量分数的测定

4.5.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用,基态金属原子对作为

锐线光源的金属元素的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 水：GB/T 6682，二级。

4.5.2.2 硝酸溶液：1+1。

4.5.2.3 铁（Fe）标准溶液：0.1 mg/mL。

4.5.2.4 铜（Cu）标准溶液：0.1 mg/mL。

4.5.2.5 镉（Cd）标准溶液：0.1 mg/mL。

4.5.2.6 锌（Zn）标准溶液：0.1 mg/mL。

4.5.2.7 镍（Ni）标准溶液：0.1 mg/mL。

4.5.2.8 铁、铜、镉、锌、镍混合标准溶液：1 mL 溶液中含铁、铜、镉、锌、镍各 10 μg 。

分别量取 10.00 mL 铁标准溶液（见 4.5.2.3）、铜标准溶液（见 4.5.2.4）、镉标准溶液（见 4.5.2.5）、锌标准溶液（见 4.5.2.6）、镍标准溶液（见 4.5.2.7），置于 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 硝酸溶液（见 4.5.2.2），用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：具有铁、铜、镉、锌、镍空心阴极灯。

4.5.4 试验步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

4.5.4.1.1 取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入铁、铜、镉、锌、镍混合标准溶液 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，再加入 4 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

注 2：浓度点可以根据仪器性能特点做适当调整，但应不少于 6 个点。

4.5.4.1.2 在原子吸收分光光度计上，按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入待测元素标准溶液的空白溶液调零，分别于波长 248.3 nm 处、324.8 nm 处、228.8 nm 处、213.9 nm 处、232.0 nm 处测量溶液中铁、铜、镉、锌、镍的吸光度。

4.5.4.1.3 以上述溶液中待测元素的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标绘制工作曲线或计算出线性回归方程，回归方程的线性相关系数不小于 0.999。

4.5.4.2 测定

4.5.4.2.1 称取约 5 g 试样，精确到 0.01 g。置于 25 mL 容量瓶中，加入 1 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.4.2.2 按 4.5.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度。

4.5.4.2.3 从工作曲线上查得或根据线性回归方程计算出被测溶液中待测元素的浓度。

4.5.5 试验数据处理

铁（Fe）的质量分数 w_3 、铜（Cu）的质量分数 w_4 、镉（Cd）的质量分数 w_5 、锌（Zn）的质

量分数 w_6 、镍 (Ni) 的质量分数 w_7 ，数值以 mg/kg 表示，按公式 (3) 计算：

$$w_3 \text{ 或 } w_4 \text{ 或 } w_5 \text{ 或 } w_6 \text{ 或 } w_7 = \frac{\rho \times 25}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中待测元素的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

25——试液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

取两次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偏差应不大于 20 %。

4.6 硫酸盐的质量分数的测定

4.6.1 原理

硫酸根与钡离子在酸性介质中生成白色的硫酸钡沉淀，在乙醇溶液中形成浑浊液，与标准比浊溶液进行目视比浊。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 乙醇：95 %。

4.6.2.2 硝酸溶液：1+2。

4.6.2.3 乙酸钡溶液：100 g/L。

4.6.2.4 硫酸盐（以 SO_4^{2-} 计）标准溶液：0.1 mg/mL。

4.6.2.5 硫酸盐（以 SO_4^{2-} 计）标准溶液：10 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 硫酸盐标准溶液（见 4.6.2.4），移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用时配制。

4.6.3 试验步骤

4.6.3.1 标准比浊溶液的制备

量取 3.00 mL 硫酸盐标准溶液（见 4.6.2.5），置于 25 mL 具塞玻璃比色管中，加入约 10 mL 水，再加入 3 mL 硝酸溶液和 1 mL 乙醇，在不断摇动下滴加 3 mL 乙酸钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.3.2 测定

4.6.3.2.1 称取 1.0 g 试样，精确到 0.01 g。置于 25 mL 具塞玻璃比色管中，加入约 10 mL 水，后续与 4.6.3.1 标准比浊溶液同时处理：加入 3 mL 硝酸溶液和 1 mL 乙醇，在不断摇动下滴加 3 mL 乙酸钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.3.2.2 将试液与标准比浊溶液同时放置 10 min 进行目视比浊。所呈浊度不大于标准比浊溶液为合格。

4.7 氯化物的质量分数的测定

4.7.1 原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银

呈悬浮体使溶液浑浊，不同浓度的氯化银悬浮体所呈的浊度不同，可用于氯化物的目视比浊法测定。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 硝酸溶液：3+7。

4.7.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

4.7.2.3 氯（以 Cl^- 计）标准溶液：0.1 mg/mL。

4.7.2.4 氯（以 Cl^- 计）标准溶液：10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 10.00 mL 氯标准溶液（见 4.7.2.3），移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用时配制。

4.7.3 试验步骤

4.7.3.1 标准比浊溶液的制备

量取 1.00 mL 氯标准溶液（见 4.7.2.4），置于 25 mL 具塞玻璃比色管中，加入约 10 mL 水，再加入 1 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.7.3.2 测定

4.7.3.2.1 称取 1.0 g 试样，精确到 0.01 g。置于 25 mL 具塞玻璃比色管中，加入约 10 mL 水，后续与 4.7.3.1 标准比浊溶液同时处理：加入 1 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.7.3.2.2 将试液与标准比浊溶液同时于暗处放置 10 min 进行目视比浊。所呈浊度不大于标准比浊溶液为合格。

5 检验规则

5.1 组批规则

工业甲基磺酸铅产品按批检验，以经同一混合设备、最后一次混合的液体所生成的匀质产品为一批。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、批号或生产日期、本标准编号等。

5.2 抽样方案

检验用的样品，按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数，按 GB/T 6680 的规定采样。取样总量不少于 200 mL。将取得的样品充分混匀，分别装入两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中，密封。瓶上贴标签，注明生产企业名称、产品名称、批号、采样日期和采样者。一瓶用于检验，另一瓶作为保留样保存备查。

5.3 检验分类

本标准要求中的全部指标项目为型式检验项目，其中外观、甲基磺酸铅的质量分数和游离甲基磺酸的质量分数为出厂检验项目。正常情况下每月至少进行一次型式检验。

5.4 判定规则

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，应从同一批产品中加倍采样，重复检验全部项目。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

工业甲基磺酸铅产品包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

6.2 包装

工业甲基磺酸铅采用塑料桶包装。每桶净含量为 30 kg 或 250 kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

6.3 运输

工业甲基磺酸铅在运输过程中，包装应密封，防止雨淋、曝晒，严禁倒置、重压。

6.4 贮存

工业甲基磺酸铅应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，不得与碱性物质混贮。

7 安全

7.1 本标准规定的工业甲基磺酸铅为甲基磺酸铅的水溶液，是无色透明液体，浓稠，可以和水以任意比例混合，其性质稳定，呈酸性，其主要危害为金属铅的污染。

7.2 甲基磺酸铅具有一定的腐蚀性。如不慎接触皮肤，用大量清水冲洗；如不慎入眼，立即用大量清水冲洗眼睛至少 15 min，并送医确诊。

7.3 勿将流出的液体冲入下水道。如溢出，按照对重金属残余物处理的相关规定对其进行安全处理。

附 录 A
(资料性附录)
铅含量的测定

A.1 原理

在 pH 值为 5~6 的条件下,用抗坏血酸还原溶液中的铁、铜等高价金属离子,以二甲酚橙为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定试料溶液中的铅。

A.2 试剂

A.2.1 抗坏血酸。

A.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: pH≈6。

A.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.05\text{ mol/L}$ 。

A.2.4 二甲酚橙指示液: 2 g/L。

A.3 试验步骤

量取 5.00 mL 试样,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

量取 10.00 mL 上述溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加水至约 50 mL,加入 30 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、0.2 g 抗坏血酸、5 滴二甲酚橙指示液,用水稀释至约 100 mL,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为黄色为终点。

A.4 试验数据处理

铅(Pb)含量 X ,数值以 g/L 表示,按公式(A.1)计算:

$$X = \frac{VcM}{5 \times (10/100)} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

V ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——铅的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=207.2$);

5——试料的体积的数值,单位为毫升(mL);

10/100——测定时量取试液的体积与试液的总体积的比值。

取两次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应不大于 1.0 g/L。

中华人民共和国
化工行业标准
工业甲基磺酸铅和工业甲基磺酸铜
(2018)

HG/T 5400~5401—2018

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)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张2 字数45.4千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2542

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：28.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

