

## 前 言

本标准是对 ZB/T G12 004—1987《工业用亚硫酸氢铵》修订而成的,本标准与前版标准相比,将表示亚硫酸氢铵与亚硫酸铵、硫代硫酸铵含量的单位 g/L 改为质量百分数。

本标准自实施之日起,同时代替 ZB/T G12 004—1987。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部硫和硫酸标准化技术归口单位归口。

本标准负责起草单位:南京化学工业(集团)公司研究院。

本标准主要起草人:张汝爱、赵亦芳、李秀玲。

本标准于 1987 年首次发布。

## 工业用亚硫酸氢铵

代替 ZB/T G12 004—1987

## 1 范围

本标准规定了工业用亚硫酸氢铵的要求、试验方法以及对标志、标签、包装等。

本标准适用于以碳酸氢铵或其他氨源为原料回收硫酸尾气中二氧化硫制得的亚硫酸氢铵产品。

分子式： $\text{NH}_4\text{HSO}_3$

相对分子质量：99.11(按 1991 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 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 6678—1986 化工产品采样通则

GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

## 3 要求

亚硫酸氢铵合格品应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标
外观	淡黄色液体
亚硫酸氢铵与亚硫酸铵总和/% $\geq$	54.0
硫代硫酸铵/% $\leq$	0.08
亚硫酸氢铵/亚硫酸铵比值 $\geq$	2.5

## 4 采样

4.1 装于铁路槽车、汽车槽车或贮罐或胶袋内的液体亚硫酸氢铵,以一车或一罐或一袋为一批。

4.2 采样按 GB/T 6680 第 2 章的规定进行。采样体积应不少于 500 mL。将样品分装两个清洁、干燥的具塞广口瓶中,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,另一瓶保存备查。

## 5 试验方法

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均为分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三

级水。

试验中所需标准溶液、试剂及制品、在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

### 5.1 外观

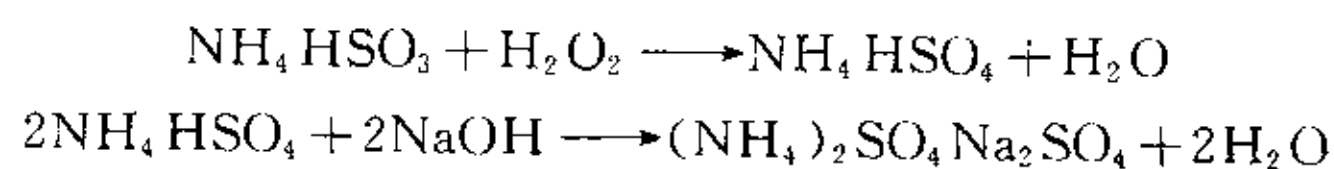
用目测法测定。

### 5.2 亚硫酸氢铵含量的测定

#### 5.2.1 原理

试样中亚硫酸氢铵经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含量。

反应式:



#### 5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液:  $c(\text{NaOH}) = 0.1000 \text{ mol/L}$ 。

5.2.2.2 甲基红乙醇溶液:  $1 \text{ g/L}$ 。

5.2.2.3 靛蓝(化学纯)乙醇溶液:  $1 \text{ g/L}$ 。

5.2.2.4 甲基红-靛蓝混合指示剂:以 1 份甲基红乙醇溶液加 2 份靛蓝乙醇溶液配制而成。

5.2.2.5 过氧化氢溶液:3%。

5.2.2.6 过氧化氢中性溶液:

以甲基红-靛蓝混合指示剂为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液将过氧化氢 3% 溶液中和至由红色变为黄绿色。

#### 5.2.3 测定

##### 5.2.3.1 试液的制备

称取约  $5 \text{ g} \sim 6.5 \text{ g}$  试样(精确至  $0.0002 \text{ g}$ ),置于盛有  $150 \text{ mL}$  水  $250 \text{ mL}$  容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为试液,用于测定亚硫酸铵、亚硫酸氢铵和硫代硫酸铵含量之用。

##### 5.2.3.2 测定

准确吸取  $5 \text{ mL} \sim 10 \text{ mL}$ (根据含量而定)试液,注入盛有  $15 \text{ mL}$  过氧化氢中性溶液和  $30 \text{ mL}$  水的  $250 \text{ mL}$  三角瓶中,摇匀。加入 5 滴甲基红-靛蓝混合指示剂,此时溶液呈红色。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈黄绿色为终点。

#### 5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚硫酸氢铵含量( $X_1$ )按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V_1 c \times 0.09911}{m \times \frac{V_2}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V_1$  ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,  $\text{mL}$ ;

$V_2$  ——测定时吸取试液的体积,  $\text{mL}$ ;

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,  $\text{mol/L}$ ;

$m$  ——试样的质量,  $\text{g}$ ;

0.09911 ——与  $1.00 \text{ mL}$  氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的亚硫酸氢铵的质量。

#### 5.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

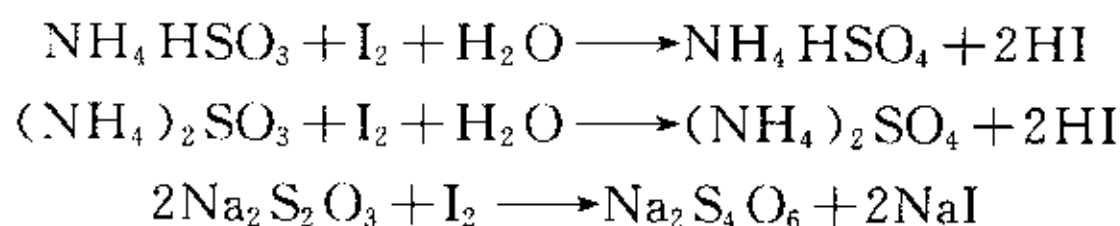
平行测定结果的绝对误差不大于 0.15%。

### 5.3 亚硫酸铵含量的测定

#### 5.3.1 原理

在中性或弱酸性溶液中,碘将试液中的亚硫酸氢铵和亚硫酸铵分别氧化成硫酸氢铵和硫酸铵。然后,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。根据硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗量和亚硫酸氢铵含量的测定中氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量,计算出亚硫酸铵的含量。

反应式:



#### 5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液:  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.2 碘标准滴定溶液:  $c(1/2 \text{I}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ ;

5.3.2.3 淀粉溶液: 10 g/L。

#### 5.3.3 测定

准确吸取 5 mL~10 mL 溶液(5.2.3.1),注入盛有 25 mL 碘标准溶液的 250 mL 碘量瓶中,摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色后,加入 2 mL 淀粉溶液作指示剂。继续滴至蓝色刚消失为终点。

在进行上述测定的同时,不加测定液按上述测定手续进行空白试验。

#### 5.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚硫酸铵含量( $X_2$ )按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_3 - V_2 - 2V_1)c \times 0.05807}{m \times \frac{V_4}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $V_1$ ——滴定亚硫酸氢铵时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$ ——测定时,消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_3$ ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_4$ ——测定时吸取试液的体积, mL;

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——试样的质量, g;

0.05807——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的亚硫酸铵的质量。

#### 5.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

平行测定结果的绝对误差不大于 0.35%。

### 5.4 总亚铵含量

以质量百分数表示的亚硫酸铵和亚硫酸氢铵的总和( $X_3$ )按式(3)计算:

$$X_3 = X_1 + X_2 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $X_1$ ——测得亚硫酸氢铵的含量, %;

$X_2$ ——测得亚硫酸铵的含量, %。

### 5.5 亚硫酸氢铵/亚硫酸铵比值

以质量百分数比值表示的亚硫酸氢铵/亚硫酸铵的比值( $X_4$ )按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{X_1}{X_2} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中： $X_1$ ——测得亚硫酸氢铵的含量，%；

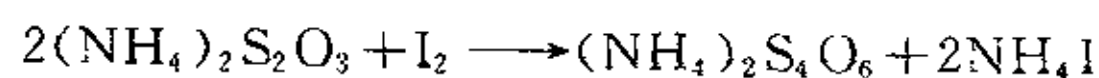
$X_2$ ——测得亚硫酸铵的含量，%。

## 5.6 硫代硫酸铵含量的测定

### 5.6.1 原理

试样在 pH5~6 时，以淀粉溶液为指示剂，甲醛溶液作掩蔽剂，用碘标准滴定溶液滴定试液中的硫代硫酸铵，根据碘液的用量计算出硫代硫酸铵的含量。

反应式：



### 5.6.2 试剂和材料

#### 5.6.2.1 甲醛。

#### 5.6.2.2 乙酸钠。

#### 5.6.2.3 冰乙酸。

#### 5.6.2.4 冰乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 约等于 6)：

称取 100 g 乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )，溶于水，加 5.7 mL 冰乙酸，稀释至 1 000 mL。

### 5.6.3 测定

称取约 13 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于盛有 10 mL 甲醛的 250 mL 碘量瓶中，摇匀，放置 3 min，加入 20 mL 缓冲溶液，2 mL 淀粉溶液，然后加入冰块，用碘标准滴定溶液(5.3.2.2)滴定至蓝色。

### 5.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫代硫酸铵含量( $X_s$ )按式(5)计算：

$$X_s = \frac{Vc \times 0.1482}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：V——滴定所消耗的碘标准滴定溶液的体积，mL；

c——碘标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m——试样的质量，g；

0.148 2——与 1.00 mL 碘标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2} \text{I}_2\right) = 1.000 \text{ mol/L}\right]$ 相当的以克表示的硫代硫酸铵的质量。

### 5.6.5 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误差不大于 0.008%。

## 6 标志、标签、包装

6.1 运输亚硫酸氢铵的罐车或贮罐及胶袋上都应有明显的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、规格、出厂日期、批号、产品净重等。

6.2 亚硫酸氢铵装于铁路槽车、汽车槽车或贮罐及胶袋内，充装系数为 0.85 或为容器容积的 85%，贮运时，应按此标准充装。

6.3 亚硫酸氢铵易氧化分解，贮存时间不宜超过一个月。