

ICS 71.060.50

CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2967—XXXX

代替 HG/T 2967—2010

工业无水亚硫酸钠

Anhydrous sodium sulphite for industrial use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 2967—2010《工业无水亚硫酸钠》，与HG/T 2967—2010相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了范围（见第1章，见2010年版第1章）；
- b) 更改了亚硫酸钠(Na_2SO_3)和硫酸盐（以 Na_2SO_4 计）优等品指标（见5.2，2010年版的4.2）；
- c) 删除了水不溶物和游离碱（以 Na_2CO_3 计）合格品指标（见5.2，2010年版的4.2）；
- d) 更改了碘量法测定亚硫酸钠含量中的公式（1）（见6.3.1.8，2010年版的5.4.4）；
- e) 增加了电位滴定法测定亚硫酸钠含量试验方法（见6.3.2）；
- f) 更改了水不溶物含量的测定中玻璃砂坩埚的滤板孔径（见6.5.1.1，2010年版的5.6.1.1）；
- g) 更改了游离碱含量测定中盐酸标准溶液的浓度（见6.6.2.2，2010年版的5.7.2.2）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司等。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1988年首次发布为HG/T 2967—1988，2000年第一次修订，2010年第二次修订；

——本次为第三次修订。

工业无水亚硫酸钠

1 范围

本文件规定了工业无水亚硫酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业无水亚硫酸钠。

注：本产品主要用于造纸工业、鞣革及制革工业，还作为水处理剂、混凝土调节剂原料、融雪剂原料、植物纤维漂白剂、其他工业中的还原剂等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1，10-菲啰啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

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

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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： Na_2SO_3

相对分子质量：126.04（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：白色结晶粉末。

5.2 工业无水亚硫酸钠按本文件规定的试验方法检测，应符合表 1 的规定。

表1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
亚硫酸钠(Na_2SO_3) w/% \geq	98.0	93.0	90.0
铁 (Fe) w/% \leq	0.003	0.005	0.02
水不溶物w/% \leq	0.02	0.03	—
游离碱（以 Na_2CO_3 计） w/% \leq	0.10	0.40	—
硫酸盐（以 Na_2SO_4 计） w/% \leq	1.5	—	—
氯化物（以NaCl计） w/% \leq	0.10	—	—

6 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂或材料具有腐蚀性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。挥发性物质、有刺激性气味物质，操作时应在通风良好的通风橱中进行。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008表1中规定的三级水。

试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2和HG/T 3696.3的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 亚硫酸钠含量的测定

6.3.1 碘量法（仲裁）

6.3.1.1 原理

在弱酸性溶液中，用碘将亚硫酸盐氧化成硫酸盐。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。

6.3.1.2 试剂或材料

6.3.1.3 盐酸溶液：1+1。

6.3.1.4 碘标准滴定溶液： $c(1/2 I_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.1.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(Na_2S_2O_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.1.6 淀粉指示液：5 g/L（使用期为两周）。

6.3.1.7 试验步骤

迅速称取约0.2 g试样（精确至0.0002 g），置于预先用滴定管加入40.00 mL 碘溶液及30 mL~50 mL水的250 mL碘量瓶中，加入2 mL盐酸溶液，立即盖上瓶塞，水封，缓缓摇动溶解后，置于暗处放置5 min。以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色时，加入约3 mL淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时作空白试验。空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂或材料的种类和量与试验溶液相同（标准滴定溶液除外）。

6.3.1.8 试验数据处理

亚硫酸钠含量以亚硫酸钠(Na_2SO_3)的质量分数 w_1 计，按公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM}{1000m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_0 ——滴定空白试验溶液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)；

V ——滴定试验溶液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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——亚硫酸钠摩尔质量质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=126.04$)；

m ——试样质量的数值，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0.3%。

6.3.2 电位滴定法

6.3.2.1 原理

在弱酸性溶液中，用碘将亚硫酸盐氧化成硫酸盐。试样溶液中插入玻璃复合电极，随着滴定剂的加入，由于发生化学反应，被测离子浓度不断变化，指示电极电位也相应的变化，在等当点附近发生电位突跃。因此通过测量工作电池电动势的变化来确定滴定终点。

6.3.2.2 试剂或材料

6.3.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.3.2.2.2 碘标准滴定溶液： $c(1/2 I_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(Na_2S_2O_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.3 仪器设备

6.3.2.3.1 电位滴定仪。

6.3.2.4 试验步骤

迅速称取约0.2g试样（精确至0.0002 g），置于预先加入 40.00 mL碘溶液及 30 mL~50 mL水的碘量瓶中，加入2mL盐酸溶液，立即盖上瓶塞，水封，缓缓摇动溶解后，置于暗处放置5 min。采用自动电位滴定仪进行滴定，根据仪器在等当点附近发生电位突跃消耗的滴定剂的体积，进行结果计算。

同时进行空白试验。空白试验除不加入试样外，其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液相同（标准滴定溶液除外）。

6.3.2.5 试验数据处理

亚硫酸钠含量以亚硫酸钠(Na_2SO_3)的质量分数 w_1 计，按公式(2)计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM}{1000m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_0 ——滴定空白试验溶液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)；

V ——滴定试验溶液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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——亚硫酸钠摩尔质量质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=126.04$)；

m ——试样质量的数值，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0.3%。

6.4 铁含量的测定

6.4.1 原理

同GB/T 3049—2006 第3章。

6.4.2 试剂或材料

同GB/T 3049—2006 第4章。

6.4.3 仪器设备

同GB/T 3049—2006 第5章。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 工作曲线的绘制

按GB/T 3049—2006中6.3规定，使用4 cm或5 cm的比色皿及对应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

6.4.4.2 试验溶液的制备

称取约1 g试样（精确至0.0002 g），置于150 mL烧杯中，用10 mL水溶解，加入5 mL盐酸，在水浴上蒸干。用水溶解残渣后，全部移入100 mL容量瓶中。优等品和一等品直接用于测定；合格品用水稀释至刻度，摇匀，用移液管吸取25 mL，置于100 mL容量瓶中再用于测定。

6.4.4.3 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.4.4.4 测定

在装有试验溶液和空白试验溶液的容量瓶中，加水至60 mL，以下操作按GB/T3049-2006中6.4规定，从“用氨水溶液（GB/T3049—2006中4.2）或盐酸溶液（GB/T3049—2006中4.1）调节pH为2……”开始，至“……测定两个试液（GB/T3049—2006中6.4.1）的吸光度”为止。

选用4 cm 或5 cm 比色皿，按GB/T 3049—2006 中 6.4 规定测量吸光度，根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

6.4.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{1000m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_2 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试料质量的数值，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优等品、一等品不大于0.0005%；合格品不大于0.008 %。

6.5 水不溶物含量的测定

6.5.1 仪器设备

6.5.1.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm~16 μm。

6.5.1.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在 105 °C±2 °C。

6.5.2 试验步骤

称取约25 g试样，精确至0.01 g。置于400 mL烧杯中，用250 mL沸水溶解。盖上表面皿，在沸水浴上保温1 h。取下放至室温，用已于105°C±2 °C烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚以倾泄法过滤，用热水洗至中性。置于电热恒温干燥箱中，在105°C±2 °C温度下烘干至质量恒定。

6.5.3 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——水不溶物与玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，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%。

6.6 游离碱含量的测定

6.6.1 原理

试样中加入过氧化氢，将亚硫酸盐氧化，以甲基红为指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定试样中的游离碱。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 过氧化氢溶液：2+1。

以甲基红为指示液，用氢氧化钠溶液[c(NaOH)约0.1 mol/L]调至溶液呈黄色。

6.6.2.2 盐酸标准滴定溶液：c(HCl)≈0.05mol/L。

6.6.2.3 甲基红指示液：1 g/L。

6.6.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL。

6.6.4 试验步骤

称取约2 g试样（精确至0.0002 g），置于250 mL锥形瓶中，用20 mL水溶解，加5 mL过氧化氢溶液，摇匀，在水浴上将溶液蒸发至约为原体积的1/2。冷却，加10 mL水、1滴甲基红指示液，使用微量滴定管，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为红色即为终点。

6.6.5 试验数据处理

游离碱含量以碳酸钠（以 Na_2CO_3 计）的质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{cVM}{1000m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定试验溶液消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

M ——碳酸钠($1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=52.99$)。

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优等品不大于0.01%，一等品不大于0.02%。

6.7 硫酸盐含量的测定

6.7.1 原理

在盐酸介质中，氯化钡与硫酸盐反应生成硫酸钡沉淀，沉淀经过滤、洗涤、干燥、称重后，得出硫酸钠含量。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 盐酸。

6.7.2.2 氯化钡溶液：100 g/L。

6.7.2.3 硝酸银溶液：10 g/L。

6.7.3 试验步骤

称取1 g试样（精确至0.0002g），置于500 mL烧杯中，加15 mL盐酸，在沸水浴上蒸发至干。用3 mL盐酸和50 mL水溶解残渣。必要时过滤，用水洗涤。将溶液稀释至300 mL，加热至沸。在搅拌下加入20 mL热氯化钡溶液，在沸水浴上保温1h，冷却。用慢速定量滤纸过滤。用水洗涤至无氯离子(以硝酸银溶液检查)为止。将滤纸连同沉淀移入已质量恒定的瓷坩埚中，将坩埚倾斜，使空气畅通，灰化。在约800℃下灼烧30 min。在干燥器中冷却后，称量硫酸钡的质量。

6.7.4 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸钠（以 Na_2SO_4 计）的质量分数 w_5 计，按公式(5)计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times 0.6086}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_1 ——硫酸钡沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

0.6086——硫酸钡（ BaSO_4 ）换算为硫酸钠（ Na_2SO_4 ）的系数。

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0.1%。

6.8 氯化物含量的测定

6.8.1 原理

在硝酸介质中，氯化物与硝酸银反应生成混浊的氯化银沉淀溶液，与标准比浊溶液比较。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 30%过氧化氢。

6.8.2.2 硝酸溶液：1+2。

6.8.2.3 糊精溶液：20 g/L。

6.8.2.4 硝酸银溶液：17 g/L。

6.8.2.5 氯化钠标准贮备溶液：1mL 溶液含有 0.1 mg NaCl。

称取0.100 g于500 °C~600 °C灼烧至质量恒定的氯化钠，溶于水，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.6 氯化钠标准溶液：1mL 溶液含有 0.01 mg NaCl。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的氯化钠标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.8.3 仪器设备

比色管：50 mL。

6.8.4 试验步骤

称取 0.5 g±0.01 g试样，置于200 mL烧杯中，用10 mL水溶解，加30%过氧化氢5 mL，放置5 min，在水浴上蒸发至干。加少量水溶解残渣后，全部转移到100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取10 mL上述试液，置于比色管中，加水稀释至20 mL。加5 mL硝酸溶液、0.2 mL糊精溶液和1 mL硝酸银溶液，摇匀。所呈浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

标准是取一份0.5 mL过氧化氢，在水浴上蒸发至干，用少量水溶解后，移入比色管中，加入5.00 mL氯化钠标准溶液，用水稀释至20 mL，与经处理分取并稀释至20 mL后的试样溶液同时同样处理。

7 检验规则

7.1 本文件采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列要求：

a) 本文件要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每6个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

b) 本文件要求中规定的铁、游离碱含量为出厂检验项目，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同一级别的工业无水亚硫酸钠为一批。每批产品不超过10 t。

7.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的四分之三料层深处，每袋中至少采取100 g样品。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于500 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中密封。瓶上粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保存时间由生产企业根据实际情况自行确定。

7.4 采用GB/T 8170规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志和随行文件

8.1 工业无水亚硫酸钠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、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191 中规定的“怕雨”“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的工业无水亚硫酸钠都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业无水亚硫酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋；外包装采用塑料编织袋。包装时将内袋空气排净后用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口；外袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。每袋净含量为 25 kg、50 kg、1000 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 工业无水亚硫酸钠运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮和曝晒。不可与氧化剂、强酸类物品及有害有毒物质混运。

9.3 工业无水亚硫酸钠应贮存于通风、干燥的仓库内，不可与氧化剂、强酸类物品及有害有毒物质混贮。

9.4 工业无水亚硫酸钠在符合本标准包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 12 个月。