

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

结晶硫化钠

Crystal sodium sulfide

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(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。

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。

本文件主要起草人： 。

本文件为首次发布。

# 结晶硫化钠

**警告：**按GB 12268—2012第6章的规定，本产品类别属于第8类腐蚀性物质。试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

## 1 范围

本文件规定了结晶硫化钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于结晶硫化钠。

注：本产品主要用于工程塑料、橡胶、医药中间体、化学清洗剂等行业。

## 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。

GB190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678—2003 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

GB/T 10500—2009 工业硫化钠

GB 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用化学危险品贮存通则


HG/T 3696.1—2011 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 3696.3—2011 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： · 5H<sub>2</sub>O

相对分子质量：168.12（按2018年国际相对原子质量）

4.1 外观：白色结晶颗粒或粉末。

4.2 结晶硫化钠按本文件规定的试验方法检测应符合表1的规定。

表1 技术要求

指标项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
外观	白色结晶颗粒或粉末	白色结晶颗粒或粉末	白色结晶颗粒或粉末
硫化钠( $\text{Na}_2\text{S}$ ) w/ % $\geq$	45.0	44.5	44.0
亚硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) w/ % $\leq$	0.4	0.8	1.2
硫代硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) w/ % $\leq$	0.5	1.0	1.5
碳酸钠 w/ % $\leq$	1.0	1.5	2
铁( $\text{Fe}$ )w/ % $\leq$	0.0005	0.001	0.001
水不溶物 w/ % $\leq$	0.01	0.03	0.05

## 5 试验方法

### 5.1 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。试验中所用的制剂及制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

### 5.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上放置少许样品，用目视法判定外观。

### 5.3 硫化钠含量的测定

按 GB/T 10500-2009 的 6.4 进行测定，选用试验溶液 B 的制备试验溶液制备。

### 5.4 亚硫酸钠含量的测定

按 GB/T 10500-2009 的 6.5 进行测定，选用试验溶液 B 的制备试验溶液制备。

### 5.5 硫代硫酸钠含量的测定

按 GB/T 10500-2009 的 6.6 进行测定，选用试验溶液 B 的制备试验溶液制备。

### 5.6 铁含量的测定

按 GB/T 10500-2009 的 6.7 进行测定，选用直接称样。

### 5.7 水不溶物含量的测定

按 GB/T 10500-2009 的 6.8 进行测定，选用固体试样。

## 5.8 碳酸钠含量的测定

### 5.8.1 原理

在试液中加入氯化钡溶液，钡与碳酸根、硫酸根、亚硫酸根离子生成碳酸钡、硫酸钡、亚硫酸钡混合沉淀，沉淀用盐酸溶解，溶解部分为碳酸钡及亚硫酸钡，用硫酸钡沉淀法测定碳酸钠及亚硫酸钠的含量，减去亚硫酸钠部分即得碳酸钠的含量。

### 5.8.2 试剂或材料

5.8.2.1 氯化钡溶液：120g/L。

5.8.2.2 盐酸溶液：1+3。

5.8.2.3 氨水溶液：1+1。

5.8.2.4 盐酸溶液：1+1。

5.8.2.5 硫酸溶液：1+15。

5.8.2.6 硝酸银溶液：17g/L。

5.8.2.7 甲基橙指示液：5g/L。

5.8.2.8 无二氧化碳水。

### 5.8.3 仪器设备

5.8.3.1 高温炉：温度能控制在  $850^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 。

5.8.3.2 恒温水浴：温度控制精度  $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

### 5.8.4 试验步骤

称取约 10g 试样，精确到 0.0001g，置于 400mL 烧杯中，加入约 200mL 无二氧化碳的热水溶解后，搅拌下加入 20mL 氯化钡溶液，置于  $70^{\circ}\text{C}$  水浴中保温 2h，取出稍冷后用慢速定量滤纸过滤，用无二氧化碳的温水洗涤沉淀及滤纸至无  $\text{Cl}^{-}$  反应为止（用硝酸银溶液检验，溶液无白色沉淀），弃去滤液及洗液，向漏斗内分多次滴加 20mL 盐酸溶液（1+3）溶解沉淀，反应完全后继续用无二氧化碳的温水洗涤沉淀及滤纸至无  $\text{Cl}^{-}$  反应为止。滤液及洗液收集于洁净的 500mL 烧杯中，加入 1-2 滴甲基橙指示液，滴加氨水调节至刚呈黄色，再用盐酸溶液（1+1）调至溶液呈红色并过量 2mL，置于电炉上加热至沸，搅拌下缓慢加入 20mL 热的硫酸溶液，置于  $80^{\circ}\text{C}$  水浴中保温 2h，取出冷却后用慢速定量滤纸过滤，并用水洗涤至无  $\text{Cl}^{-}$  反应为止，将沉淀连同滤纸转移至已于  $850^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$  高温炉内灼烧至质量恒定的瓷坩埚中低温灰化后，于  $850^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$  高温炉内灼烧至质量恒定。

### 5.8.5 试验数据处理

以质量百分数表示的碳酸钠含量（ $w_4$ ）按式（1）计算：

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times M_1}{mM_2} \times 100 - \frac{w_2 M_1}{M_3} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——硫酸钡沉淀和坩埚质量，单位为克（g）；

$m_0$ ——空坩埚质量，单位为克（g）；

$m$ ——称取试料的质量，单位为克（g）；

$w_2$ ——亚硫酸钠的质量百分数；

$M_1$ ——碳酸钠的摩尔质量（106）；

$M_2$ ——硫酸钡的摩尔质量（233）；

$M_3$ ——亚硫酸钠的摩尔质量（126）。

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 0.2 %。

## 6 检验规则

6.1 本文件要求中所列指标项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的结晶硫化钠为一批，每批产品不得大于 50 t。

6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 200g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，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。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 生产厂应保证所有出厂的结晶硫化钠产品都符合本文件要求。

6.5 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，复验结果即使有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

6.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 7 标志、标签

7.1 结晶硫化钠包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名称、厂址、产品名称、净含量、等级、批号（或生产日期）、本文件编号及 GB190 规定的“腐蚀品”标志和 GB/T 191—2008 第 2 章规定的“怕雨”、“怕晒”标志。安全标签应符合 GB 15258—2009 的规定。

7.2 每批出厂的结晶硫化钠都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名称、厂址、产品名称、净含量、等级、批号（或生产日期）、本文件编号。

## 8 包装、运输、贮存

- 8.1 结晶硫化钠应采用塑料薄膜袋包装。内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。内、外袋包装应严密不漏，每袋净含量为 25 kg。用户对包装规格有特殊要求时，可供需协商。包装类别应符合 GB12268—2012 中表 1 的要求，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的要求。
- 8.2 结晶硫化钠在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，包装不得破损，防止受潮。运输时应符合相应运输工具运输规范要求。
- 8.3 结晶硫化钠应贮存于干燥、通风的库房内，并需加垫层，防止受潮，同时还应符合 GB 15603 的规定。
-