

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:30094—2011

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2967—2010  
代替 HG/T 2967—2000

---

### 工业无水亚硫酸钠

Anhydrous sodium sulphite for industrial use

2010-11-22 发布

2011-03-01

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准代替 HG/T 2967—2000《工业无水亚硫酸钠》。

本标准与 HG/T 2967—2000 的主要技术差异如下：

- 将范围相应修改(2000年版的1,本版的1)；
- 一等品和合格品的亚硫酸钠指标参数相应调整(2000年版的3.2,本版的4.2)；
- 将包装、运输、贮存相应修改(2000年版的7,本版的8)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、烟台市金河保险粉厂有限公司、广东中成化工股份有限公司、湖北宜化化工股份有限公司保险粉分公司。

本标准主要起草人：丁灵、张宝健、王国清、冯国祥、邓键、熊俊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 2967—1988、HG/T 2967—2000。

# 工业无水亚硫酸钠

## 1 范围

本标准规定了工业无水亚硫酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业无水亚硫酸钠。该产品主要用于造纸工业、鞣革及制革工业,还作为生产混凝土调节剂的原料、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

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780:1997)

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啉分光光度法(idt ISO 6685:1982)

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(mod ISO 3696:1987)

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滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

## 3 分子式和相对分子质量

分子式:  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

相对分子质量:126.04(按2007年国际相对原子质量)

## 4 要求

4.1 外观:白色结晶粉末。

4.2 工业无水亚硫酸钠应符合表1要求。

表1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) $w/\%$	$\geq 97.0$	93.0	90.0
铁(Fe) $w/\%$	$\leq 0.003$	0.005	0.02
水不溶物 $w/\%$	$\leq 0.02$	0.03	0.05
游离碱(以 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 计) $w/\%$	$\leq 0.10$	0.40	0.80
硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计) $w/\%$	$\leq 2.5$	—	—
氯化物(以 $\text{NaCl}$ 计) $w/\%$	$\leq 0.10$	—	—

## 5 试验方法

### 5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。一些挥发性试剂对人体健康有影响,必要时,需在通风橱中进行操作。

### 5.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

### 5.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

### 5.4 亚硫酸钠含量的测定

#### 5.4.1 方法提要

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,用硫代硫酸钠溶液滴定过量的碘。

#### 5.4.2 试剂

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1;

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

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

5.4.2.4 淀粉指示液:5 g/L(使用期为两周)。

#### 5.4.3 分析步骤

迅速称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 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。

同时进行空白试验。空白试验是除不加入试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同(标准滴定溶液除外)。

#### 5.4.4 结果计算

亚硫酸钠含量以亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2)cM}{1000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c$ ——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);

$V_1$ ——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);

$V_2$ ——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);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——亚硫酸钠( $1/2\text{Na}_2\text{SO}_3$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=63.02$ )。

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%。

### 5.5 铁含量的测定

#### 5.5.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 中的第 3 章。

#### 5.5.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 中的第 4 章。

### 5.5.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—2006 中的第 5 章。

### 5.5.4 分析步骤

#### 5.5.4.1 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。

#### 5.5.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 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。

#### 5.5.4.3 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。

#### 5.5.4.4 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/T 3049—2006 中 6.4 规定,从“用氨水溶液(4.2)或盐酸溶液(4.1)调节 pH 值为 2……”开始,至“……测定两个试液(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。

### 5.5.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{1000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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,两次平行测定结果的绝对差值,优等品、一等品不大于 0.000 5%,合格品不大于 0.008%。

## 5.6 水不溶物含量的测定

### 5.6.1 仪器

5.6.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ ;

5.6.1.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在 105  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$ 。

### 5.6.2 分析步骤

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  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$  烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚以倾泄法过滤,用热水洗至中性后置于电热恒温干燥箱中,在 105  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$  温度下烘干至质量恒定。

### 5.6.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数  $w_3$  计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

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,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.001%。

## 5.7 游离碱含量的测定

### 5.7.1 方法提要

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。

### 5.7.2 试剂

#### 5.7.2.1 过氧化氢溶液:2+1。

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

#### 5.7.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

#### 5.7.2.3 甲基红指示液:1 g/L。

### 5.7.3 仪器

微量滴定管:分度值为0.02 mL。

### 5.7.4 分析步骤

称取约2 g试样,精确至0.000 2 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。

### 5.7.5 结果计算

游离碱含量以碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )的质量分数 $w_4$ 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{cVM}{1000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

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( $1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$ )的摩尔质量的数值,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%,一等品和合格品不大于0.02%。

## 5.8 硫酸盐含量的测定

### 5.8.1 方法提要

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、称量后,得出硫酸钠含量。

### 5.8.2 试剂

#### 5.8.2.1 盐酸;

#### 5.8.2.2 氯化钡溶液:100 g/L;

#### 5.8.2.3 硝酸银溶液:10 g/L。

### 5.8.3 分析步骤

称取1 g试样,精确至0.000 2 g,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1 h,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。

### 5.8.4 结果计算

硫酸盐含量以硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )的质量分数 $w_5$ 计,数值以%表示,按式(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( $\text{BaSO}_4$ )换算为硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )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%。

## 5.9 氯化物含量的测定

### 5.9.1 方法提要

在硝酸介质中,氯化物与硝酸银反应生成浑浊的氯化银沉淀,与标准比浊溶液比较。

### 5.9.2 试剂

5.9.2.1 30%过氧化氢。

5.9.2.2 硝酸溶液:1+2。

5.9.2.3 糊精溶液:20 g/L。

5.9.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

5.9.2.5 氯化钠标准贮备溶液:1 mL 溶液含氯化钠( $\text{NaCl}$ )0.1 mg。

称取0.100 g于500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.2.6 氯化钠标准溶液:1 mL 溶液含氯化钠( $\text{NaCl}$ )0.01 mg。

用移液管移取10 mL氯化钠标准贮备溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 5.9.3 仪器

比色管:50 mL。

### 5.9.4 分析步骤

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的过氧化氢,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。

## 6 检验规则

6.1 本标准所有项目为出厂检验项目。

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同一级别的无水亚硫酸钠为一批。每批产品不超过10 t。

6.3 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3/4处采样。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或塑料袋中,密封。瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、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。保存时间由生产企业根据需要确定。

6.4 生产厂应保证每批出厂的工业无水亚硫酸钠产品都符合本标准的要求。

6.5 检验结果如有指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果只有一项指标不符合本标准的要求,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 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、贮存期和本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

7.2 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、贮存期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 8 包装、运输、贮存

8.1 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,也可根据用户要求的规格进行包装。

8.2 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。

8.3 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。

8.4 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。

---