

HG

中华人民共和国化工行业文件

HG/T 4516—XXXX
代替 HG/T 4516—2013

工业硫酸氢钠

Sodium bisulfate for industrial use

(报批稿)

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

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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 4516—2013《工业硫酸氢钠》，与HG/T 4516—2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了警告；
- 更改了范围（见第1章，2013年版的第1章）；
- 增加了无水硫酸氢钠产品的分子式和相对分子质量（见第4章，2013年版的第3章）；
- 更改了固体外观（见6.1，2013年版的5.1）；
- 增加了无水硫酸氢钠产品的指标（见6.2，2013年版的5.2）；
- 更改了一水硫酸氢钠的含量以 NaHSO_4 计（见6.2，2013年版的5.2）；
- 更改了I型和II型铁含量指标（见6.2，2013年版的5.2）；
- 更改了一水硫酸氢钠水不溶物含量指标（见6.2，2013年版的5.2）；
- 增加了重金属（（以Pb计）含量指标（见6.2））；
- 增加了重金属（（以Pb计）的试验方法（见7.7）。

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会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件主要起草单位：四川省银河化学股份有限公司、山东高密高源化工有限公司、山东惠亚环保科技有限公司、北票天科新材料科技有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、莱州市盛孚化工有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：肖棱、许学强、陈勇、赵永泉、魏红珍、王桂州、丁灵、尹春林、郭明英、李东星、马顺友、王振、弓创周、安晓英。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1987年首次发布为ZB G 12002—1987，2013年第一次修订；
- 本次为第二次修订。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业硫酸氢钠

警告：按 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本产品属第 8 类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室的实践经验。本文件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

本文件规定了工业硫酸氢钠的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。本文件适用于硫酸芒硝法、亚氯酸钠副产回收生产的工业硫酸氢钠。

注：该产品主要用作酸性染料的助染剂、矿物分解的助熔剂、制备医药消毒剂和洗涤剂、制造硫酸盐和钠矾的原料、有机合成的催化剂、盐场滩晒工业盐卤水调节剂、酸度调节剂、污水处理剂、二氧化氯消毒剂；还用于石油钻井及土壤改良等方面。

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 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-菲罗啉分光光度法

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方法和判定

GB 12268—2012 危险货物物品名表

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 1 部分：文件滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 2 部分：杂质文件溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 3 部分：试剂及制品的制备

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： NaHSO_4 相对分子质量：120.05（按2018年国际相对原子质量）

分子式： $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 相对分子质量：138.07（按2018年国际相对原子质量）

5 分型

工业硫酸氢钠分为两种类型：I型为固体，II型为溶液。

6 要求

6.1 外观：固体为微黄色至类白色结晶或颗粒；溶液为无色透明。

6.2 工业硫酸氢钠按本文件的试验方法检测应符合表1的规定。

表 1

项 目	指 标					
	I 型				II 型	
	无水硫酸氢钠		一水硫酸氢钠			
	一等品	合格品	一等品	合格品		
硫酸氢钠(NaHSO_4) w/%	\geq	98.0	90.0	85.2	78.2	30.0
铁(Fe) w/%	\leq	0.01	0.02	0.01	0.02	0.002
水不溶物 w/%	\leq	0.05		0.05		—
氯化物(以 Cl 计) w/%	\leq	0.03	0.05	0.03	0.05	0.30
重金属(以 Pb 计) w/%	\leq	0.003	0.005	0.003	0.005	0.003

7 试验方法

7.1 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，在没有注明其它要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上或烧杯中用目视法判定外观。

7.3 硫酸氢钠含量测定

7.3.1 原理

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样溶液中的氢离子，再折算成硫酸氢钠的含量。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.2 酚酞指示液（10 g/L）。

7.3.3 试验步骤

称取约0.4 g固体试样或1.2 g溶液试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL锥形瓶中，加50 mL水（固体试样应摇匀溶解），加2滴酚酞指示液（10 g/L），用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色并在15 s不褪色即为终点。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

7.3.4 试验数据处理

硫酸氢钠含量以硫酸氢钠（ NaHSO_4 ）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——滴定试验溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——硫酸氢钠（以 NaHSO_4 ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=120.05$ ）；

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为：固体样品不大于0.2%，溶液样品不大于0.1%。

7.4 铁含量测定

7.4.1 原理

同 GB/T 3049—2006 中的第 3 章。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）0.01 mg。用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.4.2.2 其余同 GB/T 3049—2006 中的第 4 章。

7.4.3 仪器设备

分光光度计：配有光程为 4 cm 的比色皿。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 标准曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条的规定，使用 4 cm 比色皿，绘制铁含量为 0.01 mg~0.1 mg 标准曲线。

7.4.4.2 试验

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于 150 mL 烧杯中，加 50 mL 水溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中（II 型直接转移至 100 mL 容量瓶中），用水稀释至刻度，摇匀。

移取试验溶液（I 型 5 mL、II 型 10 mL），置于 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 第 6.4 条从“必要时，加水至 60 mL……”开始进行操作。

根据测得的吸光度，从标准曲线上查出相应的铁的质量（mg）。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

7.4.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times V / 100} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）；

V ——移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

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为：固体样品不大于 0.002%，溶液样品不大于 0.0002%。

7.5 水不溶物含量测定

7.5.1 原理

试样溶于水后，经过滤、洗涤、干燥后，烘干至质量恒定，根据烘干后残留物的量，确定水不溶物的含量。

7.5.2 仪器设备

7.5.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm ~15 μm 。

7.5.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.5.3 试验步骤

称取约 20 g 试样，精确至 0.01 g，置于 250 mL 烧杯中，加 150 mL 水并搅拌至试样完全溶解，用预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水洗涤至滤液呈中性。将玻璃砂坩埚置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.5.4 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_3 计，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——干燥后水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克 (g)；

m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克 (g)；

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，平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

7.6 氯化物含量测定

7.6.1 原理

在硝酸溶液中，氯离子与银离子生成难溶的白色氯化银悬浮微粒，与同方法处理的氯标准比浊溶液比对。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 硝酸溶液：1+4。

7.6.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

7.6.2.3 稳定剂：取 200 mL 丙三醇，200 mL 无水乙醇，加 100 mL 水，充分混匀。

7.6.2.4 氯标准溶液：1 mL 溶液含氯 (Cl) 0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

7.6.3 试验步骤

称取 $10.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 150 mL 烧杯中，加 50 mL 水，搅拌使其全部溶解后，转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。移取试验溶液 (I 型 10 mL、II 型 1 mL)，置于 50 mL 比色管中，加 2 mL 硝酸溶液，10 mL 稳定剂，2 mL 硝酸银溶液稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是 I 型一等品、II 型移取 3.00 mL 氯标准溶液，I 型合格品移取 5.00 mL 氯标准溶液，置于 50 mL 比色管中，加 2 mL 硝酸溶液，10 mL 稳定剂，2 mL 硝酸银溶液稀释至刻度，摇匀。

7.7 重金属含量测定

7.7.1 原理

在弱酸性条件下，试样中的重金属离子与饱和硫化氢作用，生成棕褐色悬浮液，与同法处理的铅标准比色溶液比较。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.7.2.2 氨水溶液：1+1。

7.7.2.3 乙酸盐缓冲溶液：pH≈3.5，称取 25.0 g 乙酸铵，加 25 mL 水溶解，加 45 mL 盐酸溶液，再用盐酸溶液或氨水溶液调节 pH 至 3.5，用水稀释至 100 mL。

7.7.2.4 饱和硫化氢水。

7.7.2.5 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.01 mg，用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

7.7.2.6 酚酞指示液 (10 g/L)。

7.7.3 试验步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样，置于 50 mL 比色管中，加约 10 mL 水，1 滴酚酞指示液 (10 g/L)，滴加氨水溶液至溶液刚为红色，再滴加盐酸溶液至红色消失。加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液，10 mL 饱和硫化氢水，用水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置 10 min。在白色背景下观察，所呈颜色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液是 I 型一等品、II 型移取 3.00 mL 铅标准溶液，I 型合格品移取 5.00 mL 铅标准溶液，置于 50 mL 比色管中，与试样同时进行相同操作。

8 检验规则

8.1 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规定：

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，正常情况下每六个月至少进行一次型式检验。

有下列情况之一时，应进行型式检验：

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

b) 要求中规定的硫酸氢钠 (NaHSO₄) 含量、铁含量、水不溶物含量、氯化物含量 4 项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 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型号同一等级的工业硫酸氢钠为一批。每批产品固体不超过 25 t、溶液不超过 40 t。

8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。固体样品采样时，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 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封。溶液样品采样时，将采样玻璃管插入至容器深度的 2/3 处采样，将取得的样品混匀，总量不少于 500 mL，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、产品名称、型号、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。

8.4 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。

8.5 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文件的要求时，则整批产品为不合格。

9 标志、标签

9.1 工业硫酸氢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、型号、等级、净含量、批号或生产日期、保质期、本文件编号、GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标签及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志、“怕晒”标志。

9.2 每批出厂的工业硫酸氢钠产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、净含量、批号或生产日期、保质期及本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业硫酸氢钠溶液采用清洁的塑料桶或槽车密封包装，每桶净含量为 25 kg、250 kg 或 1000 kg；工业硫酸氢钠固体采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，或用与其相当的其他方式封口，外袋采用缝包机缝合，缝合牢固，无漏缝或跳线现象，每袋净含量为 25 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。

10.2 工业硫酸氢钠在运输过程中，防止雨淋、受热、受潮。严禁与碱类物品混运。

10.3 工业硫酸氢钠应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。严禁与碱类物品混贮。

10.4 工业硫酸氢钠固体在符合本文件规定的包装、运输和贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 12 个月。