

ICS 71.080.40

CCS G 17

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

工业甲基磺酸铋

Bismuth methanesulfonate for industrial use

报批稿

(本稿完成日期: 2021.12)

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。

本文件由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会（SAC/TC63/SC7）归口。

本文件起草单位：中石化南京化工研究有限公司、深圳市长隆科技有限公司、中国石油天然气股份有限公司西南油气田分公司川东北对外合作销售部、南京科正化工产品质量检验中心有限公司、东莞市起点信息科技有限公司。

本文件主要起草人：李艳荣、周勇、赵海江、纪罗军、谢远波、梁锋。

工业甲基磺酸铋

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件规定了工业甲基磺酸铋的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。本文件适用于以甲基磺酸和单质铋为原料生产的工业甲基磺酸铋，其他工艺生产的甲基磺酸铋也可参照执行本文件。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 一般规定

本标准中所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和按GB/T 6682规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、试剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603的规定制备。

5 技术要求

工业甲基磺酸铋 $[(\text{CH}_3\text{SO}_3)_3\text{Bi}]$ 应符合表1的要求。

表1 技术指标

项 目	技术指标
外观	无色透明或淡黄色液体
铋含量 / (g/L)	≥ 200
游离甲基磺酸 (CH ₃ SO ₃ H) 的质量分数/%	≥ 25.0
铁 (Fe) / (mg/kg)	≤ 5
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 5
硫酸盐 (以 SO ₄ ²⁻ 计) / (mg/kg)	≤ 50
氯化物 (以 Cl ⁻ 计) / (mg/kg)	≤ 10

6 试验方法

6.1 外观

在自然光下, 取2mL试样置于白色衬底的表面皿上, 在非阳光直射处以目视观察。

6.2 铋含量的测定

6.2.1 原理

在pH值约为1.7的条件下, 铋离子和硫脲反应产生黄色络合物, 用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定试料溶液中的铋。

6.2.2 试剂

6.2.2.1 硫脲。

6.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.1\text{mol/L}$ 。

6.2.3 试验步骤

室温20℃, 量取2.00mL充分摇匀的甲基磺酸铋试料, 置于250mL锥形瓶中, 加入1克左右的硫脲, 加水至约50mL, 待硫脲溶解后, 用EDTA标准滴定溶液滴定至溶液黄色消失为终点。

6.2.4 试验数据处理

铋 (Bi) 含量 X , 数值以g/L表示, 按公式 (1) 计算:

$$X = \frac{VcM}{2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——铋 (Bi) 含量的数值, 单位为克每升 (g/L);

V ——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

M ——铋的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=208.98$);

2——试料的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

取两次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应不大于3.0g/L。

注1: 以%表示的甲基磺酸铋质量分数的测定方法参见附录A。

6.3 游离甲基磺酸质量分数的测定

6.3.1 原理

以甲基红-亚甲基蓝为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定试料溶液，计算出游离甲基磺酸的质量分数。

6.3.2 试剂

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

6.3.2.2 甲基红-亚甲基蓝指示液。

6.3.3 试验步骤

用已称量的带磨口盖的小称量瓶称取约1g试样，精确到0.0001g，将称量瓶和试料一起小心移入盛有约50mL水的250mL锥形瓶中，滴加2~3滴甲基红-亚甲基蓝指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由粉红色变为灰绿色为终点。

6.3.4 试验数据处理

游离甲基磺酸 ($\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$) 质量分数 ω_1 ，按公式 (2) 计算：

$$\omega_1 = \frac{VcM}{1000m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω_1 ——游离甲基磺酸 ($\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$) 质量分数，以百分数 (%) 表示；

V ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——氢氧化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 ——甲基磺酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=96.11$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次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应不大于0.20%。

6.4 铁和铅质量分数的测定

6.4.1 原理

处于气态的被测元素基态原子对该元素的原子共振辐射有强烈的吸收作用，基态金属原子对作为锐线光源的金属元素的空心阴极灯所辐射的单色光产生吸收，在一定浓度范围内，其吸光度与试样中该元素的浓度成正比。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 水：GB/T 6682，二级。

6.4.2.2 硝酸溶液：1+1。

6.4.2.3 铁 (Fe) 标准溶液：0.1mg/mL。

6.4.2.4 铅 (Pb) 标准溶液：0.1mg/mL。

6.4.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：具有铁和铅空心阴极灯。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 工作曲线的绘制

6.4.4.1.1 取六只 100mL 容量瓶,分别加入铁和铅标准溶液 0.00mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL、1.20mL 再加入 4mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.4.1.2 在原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入待测元素标准溶液的空白溶液调零,分别于波长 248.3 nm 处和 283.3nm 处测量溶液中铁和铅的吸光度。

6.4.4.1.3 以上述溶液中待测元素的浓度(单位为微克每毫升)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线或计算出线性回归方程,回归方程的线性相关系数不小于 0.999。

6.4.4.2 测定

6.4.4.2.1 称取约 5g 试样,精确到 0.01g,置于 50mL 容量瓶中,加入 2mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.4.2.2 按 6.4.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度。

6.4.4.2.3 从工作曲线上查出或根据线性回归方程计算出被测溶液中待测元素的浓度。

6.4.5 试验数据处理

铁(Fe)的质量分数 ω_2 、铅(Pb)的质量分数 ω_3 ,数值以mg/kg表示,按公式(3)计算:

$$\omega_2 \text{ 或 } \omega_3 = \frac{\rho \times 50}{m} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

ω_2 ——铁(Fe)的质量分数的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

ω_3 ——铅(Pb)的质量分数的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——从工作曲线上查得的或根据线性回归方程计算出的被测溶液中待测元素的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

50——试液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

取两次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相对偏差应不大于20%。

6.5 硫酸盐质量分数的测定

6.5.1 原理

硫酸根与钡离子在酸性介质中生成白色的硫酸钡沉淀,在乙醇溶液中形成浑浊液,与标准比浊溶液进行目视比浊。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.5.2.2 硫酸钾乙醇溶液:0.2g/L。

6.5.2.3 氯化钡溶液:250 g/L。

6.5.2.4 硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)标准溶液:0.1mg/mL。

6.5.3 试验步骤

6.5.3.1 标准比浊溶液的制备

量取硫酸盐标准溶液0.10mL、0.20mL、0.30mL、0.40mL、0.50mL、0.80mL、1.00mL于25mL比色管中,加入0.5mL盐酸溶液。将0.25mL硫酸钾乙醇溶液,与1mL氯化钡溶液混合,组成晶种液,准确放置1min,加入上述已酸化的样品溶液,并稀释至25mL,摇匀。

6.5.3.2 测定

6.5.3.2.1 称取 2g~10g 试样，精确到 0.01g，置于 25mL 具塞玻璃比色管中，后续与 6.5.3.1 标准比浊溶液同时处理：加入 0.5mL 盐酸溶液；将 0.25mL 硫酸钾乙醇溶液，与 1mL 氯化钡溶液混合，组成晶种液，准确放置 1min，加入上述已酸化的样品溶液，并稀释至 25mL，摇匀。

6.5.3.2.2 将试液与标准比浊溶液同时放置 5min。用目视比浊法与标准浊阶比较，测得硫酸盐的质量。

6.5.4 试验数据处理

硫酸盐 (SO_4^{2-}) 质量分数 ω_4 ，按公式 (4) 计算：

$$\omega_4 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ω_4 ——硫酸盐 (SO_4^{2-}) 质量分数的数值，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

m_1 ——试料溶液中硫酸盐质量分数的数值，单位为微克 (μg)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

6.6 氯化物质量分数的测定

6.6.1 原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体使溶液浑浊，不同浓度的氯化银悬浮体所呈的浊度不同，可用于氯化物的目视比浊法测定。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 硝酸溶液：1+2。

6.6.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

6.6.2.3 氯 (以 Cl^- 计) 标准溶液：0.1mg/mL。

6.6.2.4 氯 (以 Cl^- 计) 标准溶液：10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 10.00 mL 氯标准溶液 (见 6.6.2.3)，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用时配制。

6.6.3 试验步骤

6.6.3.1 标准比浊溶液的制备

量取氯化物标准溶液 0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、2.50mL 于 25mL 比色管中，加入 1mL 硝酸溶液和 1mL 硝酸银溶液，并稀释至 25mL，摇匀。

6.6.3.2 测定

6.6.3.2.1 称取 2g~5g 试样，精确到 0.01g，置于 25mL 具塞玻璃比色管中，后续与 6.6.3.1 标准比浊溶液同时处理：加入 1mL 硝酸溶液和 1mL 硝酸银溶液，并稀释至 25mL，摇匀。

6.6.3.2.2 将试液与标准比浊溶液于暗处放置 10min。用目视比浊法与标准浊阶比较，测得氯化物的质量。

6.6.4 结果计算

氯化物 (Cl^-) 质量分数 ω_5 ，按公式 (5) 计算：

$$\omega_5 = \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ω_5 ——氯化物 (Cl^-) 质量分数的数值，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

m_2 ——试料溶液中氯化物质量分数的数值，单位为微克 (μg)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

7 检验规则

7.1 组批规则

工业甲基磺酸铊产品按批检验，以经同一混合设备，最后一次混合的液体所生成的匀质产品为一批。生产企业应保证每批出厂的产品符合本文件的技术要求。每批出厂的产品应附有质量证明书或产品合格证，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、本文件编号等。

7.2 抽样方案

检验用的样品，按GB/T 6678的规定确定采样单元数，按GB/T 6680的规定采样。取样总量不少于200mL。将取得的样品充分混匀，分别装入两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中，密封。瓶上贴标签，注明生产企业名称、产品名称、批号、采样日期和采样者。一瓶用于检验，另一瓶作为保留样保存备查。

7.3 检验分类

本文件要求中的外观、铊含量、游离甲基磺酸、铁、铅、硫酸盐和氯化物的质量分数全部指标项目为出厂检验项目。正常情况下每月至少进行一次型式检验。

7.4 判定规则

检验结果按GB/T 8170中规定的修约值比较法判定是否符合本文件。若检验结果有一项指标不符合本文件的要求，应从同一批产品中加倍采样，重复检验全部项目。复验结果即使有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

工业甲基磺酸铊包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

8.2 包装

工业甲基磺酸铊采用塑料桶包装。每桶净含量为30kg或250kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

8.3 运输

工业甲基磺酸铊在运输过程中，包装应密封，防止雨淋、曝晒，严禁倒置重压。

8.4 贮存

工业甲基磺酸铊应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，不得与碱性物质混贮。保质期为12个月。

9 安全

- 9.1 本文件规定的甲基磺酸铋溶液，可以和水以任意比例混合，其性质稳定，呈酸性，其主要危害为金属铋的污染。
- 9.2 甲基磺酸铋具有一定的腐蚀性，如若不慎接触皮肤，请用大量清水冲洗；如不慎入眼，请立即用大量清水冲洗眼睛至少 15min，并看医生就诊。
- 9.3 请勿将流出的液体冲入下水道。如溢出，按照对重金属残余物处理的相关规定，对其进行安全处理。

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