

ICS 71.060.30

G 12

备案号:7509—2000

HG/T 3687—2000

前 言

本标准根据国内外用户使用要求和我国工业硫氢化钠生产实际水平制定。

本标准综合了国内工业硫氢化钠企业标准的特点将产品分成固体和液体 2 类。液体产品分 36% 和 28% 两个规格。固体优等品指标优于国外产品实测数据。

硫氢化钠含量和硫化钠含量试验方法基本采用 HG/T 2964—1984《硫氢化钠试验方法》，并补充了酸度计指示终点的仲裁方法，以解决一些产品第一终点不够明显的问题。

增加了铁含量试验方法，由于对铁含量的要求暂时还无法统一，因此规定铁含量指标由协议执行。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院、河南陕县华源钡盐厂、天津市有机化工一厂。

本标准主要起草人：范国强、樊占寅、高锡治、王春条。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

本标准首次发布。

工业硫氢化钠

Sodium hydrosulfide for industrial use

1 范围

本标准规定了工业硫氢化钠的要求、试验方法、检验规则,标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于块状、片状和粒状及液体工业硫氢化钠,该产品主要用于选矿、农药、制革、染料生产及有机合成等工业。

分子式 $\text{NaHS} \cdot x\text{H}_2\text{O}$

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 分类

本标准将工业硫氢化钠产品分为液体和固体2类;液体产品分36%和28%二种规格。

4 要求

4.1 外观:固体为黄色、橙黄色、棕、灰褐色块状、粒状、片状;液体为淡黄色、绿黄色或橙红色。

4.2 工业硫氢化钠应符合表1要求。

表1 要求

%

项 目	指 标				
	固 体			液 体	
	优等品	一等品	合格品	1 种	2 种
硫氢化钠(NaHS)含量 $\geq$	70	68	65	36	28
硫化钠(Na_2S)含量 $\leq$	4.0	5	—	1.0	1.2
铁含量	协议				

国家石油和化学工业局 2000-08-21 批准

2001-05-01 实施

5 试验方法

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 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

安全提示:本标准中使用的强酸强碱具有腐蚀性,操作时应谨慎,避免溅出;试验中放出的硫化氢有害人体健康且易燃,应注意在通风橱内进行操作。

5.1 硫化氢钠含量和硫化钠含量的测定

5.1.1 方法提要

试样溶解后,加氯化钡除去碳酸盐,定容,干过滤。移取滤液,用盐酸标准滴定溶液滴定,以指示剂或酸度计指示终点,计算硫化钠含量;加入甲醛与硫化氢钠反应放出氢氧化钠,以酚酞为指示剂继续用盐酸滴定至终点,计算硫化氢钠含量。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 甲醛:36%~38%,用前用中速滤纸过滤,以酚酞指示液,滴加氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})$ 约 0.1 mol/L] 至溶液呈微红色。

5.1.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

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

5.1.2.4 酚酞指示液:1%乙醇溶液。

5.1.2.5 茜素黄 GG-百里香酚蓝混合指示液:

a) 0.1 g 茜素黄 GG 溶于 100 mL 50% 的乙醇溶液中。

b) 0.1 g 百里香酚蓝溶于 100 mL 50% 的乙醇溶液中。

c) 取 30 mL a) 和 20 mL b), 混匀。

5.1.3 仪器、设备

酸度计:精度为 0.02 pH 单位,配甘汞电极和玻璃电极。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试验溶液的制备

用已知质量的称量瓶称取约 12 g 液体样品或 6 g 固体样品(精确至 0.001 g)。全部转移到已加有 15 mL 氯化钡溶液的 500 mL 容量瓶中。加少量水溶解,摇匀,静置 10 min。用水稀释至刻度,混匀。

使用中速滤纸进行干过滤,弃去 20 mL 初滤液,滤液收集到干燥的 500 mL 锥形瓶中,滤液量够试验用即可,盖好胶塞,此溶液为溶液 A。

对于剖桶全溶取样的硫化氢钠固体试样质量(m)按式(1)计算:

$$m = \frac{m_2}{m_1} \times m_3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——制得全溶液体的质量, kg;

m_2 ——整桶硫化氢钠净质量, kg;

m_3 ——用称量瓶称取的全溶试样质量, kg。

5.1.4.2 测定

移取 25 mL 溶液 A, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 20 mL 水, 加 10 滴茜素黄 GG-百里香酚蓝混合指示液。用盐酸标准滴定溶液滴定, 溶液由绿色变为蓝色即为终点(如遇指示终点不明显, 可用酸度计指示, 以 pH=9.8 为终点, 此方法用于仲裁)。再加入 5 mL 甲醛和 3 滴酚酞指示液, 继续用盐酸标准滴定溶液滴定, 溶液红色全部消失即为终点。

5.1.5 分析结果的表述

5.1.5.1 以质量分数表示的硫化氢钠(NaHS)含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V_2 - 2V_1)c \times 0.056\ 06}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_1 ——滴定至第一终点时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定至第二终点时消耗盐酸标准滴定溶液的总溶液, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.056 06——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫化钠的质量;

m ——试样的质量, g。

5.1.5.2 以质量分数表示的硫化钠(Na_2S)含量(X_2)按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{V_1 c \times 0.078\ 04}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: V_1 ——滴定至第一终点时消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.078 04——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫化钠的质量;

m ——试样的质量, g。

5.1.6 允许差

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: 硫化钠不大于 0.3%, 硫化钠不大于 0.1%。

5.2 铁含量的测定

5.2.1 方法提要

样品用水溶解后, 加硫酸, 电炉加热, 分解硫化钠, 高温炉内于 600℃ 下灼烧, 彻底分解多硫化物及硫磺。用盐酸溶解残渣中的铁, 用抗坏血酸将三价铁还原成二价铁。在 pH2~9 范围内, 二价铁与邻菲罗啉生成红色络合物, 在最大吸收波长(510 nm)下用分光光度计测定吸光度。

5.2.2 试剂和材料

同 GB/T 3049—1986 第 3 章和

硫酸溶液: 1+5。

5.2.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—1986 第 4 章和

瓷坩埚: 50 mL。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 的 5.3 的规定绘制工作曲线。

5.2.4.2 测定

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g)。加适量水溶解后移入 100 mL 容量瓶, 用水稀释至刻度, 摇匀。立即移取 10 mL, 液体样品直接称取约 2 g, 置于 50 mL 瓷坩埚中。在通风橱内滴加 4 mL 硫酸溶液。将坩埚置于电炉上加热至硫酸赶尽。将坩埚放入高温炉于 600℃ 下灼烧 10 min。冷却, 加 1+1 盐酸溶液 1 mL, 适量水, 加热溶解残渣。冷却后将溶液转移至 100 mL 容量瓶中, 按 GB/T 3049—1986 的 5.4 的规定, 从“必要时加水至约 60 mL”开始对试验溶液进行操作。

空白溶液为不加样品, 其他试剂加入量与处理样品时相同。

5.2.5 分析结果的表述

以质量分数表示的铁(Fe)含量(X_3)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{10 m} \dots\dots\dots(4)$$

式中： m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁质量，mg；

m_0 ——根据测得的空白溶液吸光度从工作曲线上查出的铁质量，mg；

m ——试样的质量，g。

5.2.6 允许差

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相对偏差不大于20%。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目，必须逐批进行检验。

6.2 每批产品不超过60 t。

6.3 取样方法见表2。

表 2

产品包装总数(桶或袋)	取样包装数(桶或袋)
1~100	1
101~200	2
>200	3

6.3.1 固体产品全溶取样：按表2选取包装单元进行全溶取样，将选取的包装剖开，击碎样品，迅速倾入已知重量的溶解槽中，称得硫化钠质量后加水溶解。为加速溶解可用蒸汽加热。溶解完全后继续加水，配成质量分数约30%的溶液并称其质量。以下操作同样适用液体产品，在不断搅拌下，用内径10 mm~15 mm带有梢口的玻璃管，以管内外液面相平之速度插至2/3处，共取出不少于300 g的液体样品。立即装入清洁、干燥的广口瓶或塑料瓶中密封，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名，供当日检验用。

6.3.2 生产厂可在固体产品包装过程中取代表性液态样品，冷却后制成固体样品。直接进行试验。当供需双方发生质量争议时，以全溶取样检验结果为准。

6.4 工业硫化钠由生产厂的质量监督检验部门按本标准规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准要求。

6.5 使用单位有权按本标准的规定对所收到的工业硫化钠进行验收，验收应在货到之日算起的一个月内进行。

6.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格。

6.7 采用GB/T 1250规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业硫化钠包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、等级、本标准编号及GB 190规定的“腐蚀品”标志。

7.2 每批出厂的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、商标、净含量、等级、批号或生产日期、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 固体工业硫化钠采用铁桶包装或按用户要求并符合贮运安全规定的其他包装形式。净含量分别为25 kg、50 kg或150 kg；液体产品采用铁桶或槽车装运，每桶净含量为200 kg。

8.2 工业硫氢化钠产品应贮存于阴凉、干燥、通风的库房中,防止雨淋、受潮、受热,不得与酸及腐蚀性物品接触。

8.3 工业硫氢化钠产品运输时应注意防止日晒、雨淋、受热,保持包装完好。

8.4 工业硫氢化钠在室温 20℃、相对湿度不大于 60%、保持包装完好条件下,保质期为 1 年。
