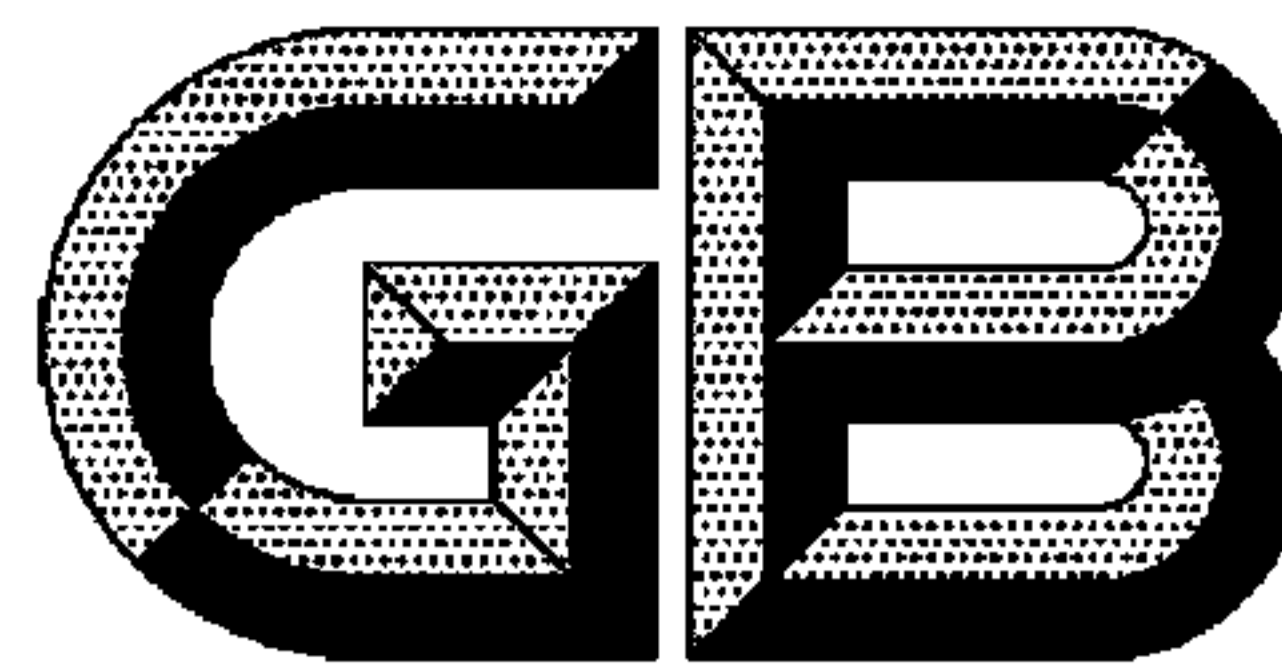


ICS 71.060.50
G 12



中华人民共和国国家标准

GB 23937—2009

工业硫氢化钠

Sodium hydrosulfide for industrial use

2009-06-02 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第7章、第8章、第9章和第10章为强制性内容,其余内容为推荐性。

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/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:中海油天津化工研究设计院、南风化工集团、东营三协化学有限公司。

本标准主要起草人:范国强、张铁柱、陈爱兵、魏俊文、李志起。

本标准为首次发布。

工业硫化钠

1 范围

本标准规定了工业硫化钠的要求、试验方法、检验规则,标志、标签、包装、运输、贮存和安全。
本标准适用于工业硫化钠,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。

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 190—1990 危险货物包装标志

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

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(ISO 6685:1982,IDT)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

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制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: NaHS

相对分子质量: 56.06(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分类与外观

工业硫化钠分为:液体和固体 2 类;液体分为:L—1 型、L—2 型、L—3 型三种规格。固体外观为黄色、橙黄色、棕、灰褐色块状、粒状、片状;液体外观为无色或淡黄色、绿黄色或橙红色液体。

5 要求

工业硫化钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标					
	固 体		液 体			
	优等品	一等品	L—1	L—2	L—3	
硫化钠(NaHS), w/%	≥	70.0	70.0	42.0	36.0	28.0
硫化钠(Na ₂ S), w/%	≤	3.0	4.0	1.0	1.0	1.0
铁(Fe), w/%	≤	0.001 5	0.002 0	协 议		

6 试验方法

6.1 安全提示

本标准中使用的强酸强碱及样品具有腐蚀性,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。

6.2 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。

6.3 硫化氢钠含量和硫化钠含量的测定

6.3.1 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。

6.3.2 试剂

6.3.2.1 甲醛:36%~38%。

用前用中速滤纸过滤,以酚酞指示液,滴加氢氧化钠溶液至溶液呈微红色。

6.3.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

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

6.3.2.4 酚酞指示液:1%乙醇溶液。

6.3.2.5 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。

6.3.3 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。

6.3.4 分析步骤

6.3.4.1 试验溶液的制备

用已知质量的称量瓶称取约 10 g~12 g 液体样品、全溶试样溶液或 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,滤液收集于干燥的 500 mL 锥形瓶中,滤液量够试验用即可,盖好胶塞,此溶液为试验溶液 A,用于硫化氢钠含量、硫化钠含量及铁含量的测定。

对于全溶试样溶液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的数值,单位为克(g);
- m_2 ——溶解的硫化氢钠净质量的数值,单位为克(g);
- m_3 ——用称量瓶称取的全溶试样溶液质量的数值,单位为克(g)。

6.3.4.2 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第一终点。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第二终点。

6.3.5 结果计算

6.3.5.1 硫氢化钠含量以硫氢化钠(NaHS)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_2 - 2V_1)c \times M/1\,000}{m \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定至第二终点时消耗盐酸标准滴定溶液的总体的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硫氢化钠(NaHS)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.06$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

6.3.5.2 硫化钠含量以硫化钠(Na_2S)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{V_1 c \times M/1\,000}{m \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

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的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——硫化钠(Na_2S)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=78.04$)。

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:硫氢化钠不大于 0.3%,硫化钠不大于 0.1%。

6.4 铁含量的测定

6.4.1 方法提要

样品用水溶解后,加硫酸,电炉加热,分解硫氢化钠,高温炉内于 600 °C 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 pH 值为 2~9 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。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 硫酸溶液:1+5;

6.4.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.4.3 仪器、设备

6.4.3.1 瓷坩埚:50 mL;

6.4.3.2 其他设备同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 的 6.3 的规定绘制工作曲线。

6.4.4.2 测定

称取约 2 g 液体样品或全溶试样溶液,置于 50 mL 瓷坩埚中。在通风橱内滴加 4 mL 硫酸溶液。将瓷坩埚置于电炉上加热至硫酸赶尽。将瓷坩埚放入高温炉于 600 °C 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—2006 的 6.4 的规定,从“必要时加水至约 60 mL”开始对试验溶液进行操作。同时进行空白试验,空白试验是在制备试验溶液的同时不加样品,其他试剂加入量与处理样品时相同。

6.4.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{(m_2 - m_1)/1\ 000}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——从工作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_2 ——从工作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 ——液体试样的质量或分取后用于测定的试样的质量,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相对偏差不大于20%。

7 检验规则

7.1 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。

7.2 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产品为一批,固体产品每批不超过60 t。液体产品批量根据储运容器大小确定。

7.3 取样方法与全溶试样溶液制备

7.3.1 对于固体块状产品,从每批中随机选取一桶。剖开桶皮,从上、中、下各取约100 g样品,称得固体质量后加水溶解。为加速溶解可加热。溶解完全后继续加水,配成质量分数约28%的溶液并称量其质量。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50 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,此溶液为全溶试样溶液,供当日检验用。

袋装片状、粒状硫化钠,从每批中随机选取3袋(50 kg装)或6袋(25 kg装),深入表面20 cm以下采样,每袋取出不少于50 g样品按上述方法溶解取样。

7.3.2 生产厂可在产品包装过程中取代表性液态样品,冷却后制成固体样品。直接进行测定。当供需双方发生质量争议时,以7.3.1条取样方式检验结果为准。

7.4 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。

7.5 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。

7.6 采用GB/T 8170规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 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、净含量、类别、等级或规格、本标准编号及GB 190—1990规定的“腐蚀品”标志以及GB/T 191—2008中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 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、净含量、类别、等级或规格、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 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。每包装单元净含量分别为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。

9.2 工业硫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。

9.3 工业硫化钠产品运输时应注意防止日晒、雨淋、受热,保持包装完好。

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

10 安全

10.1 生产场所必须保证通风良好。并应安装硫化氢气体报警装置,以及配备必要气体泄漏情况下使用的防护用品。

10.2 分析检验过程中会有硫化氢气体放出,应在通风橱中进行,并保证通风良好。
