



中华人民共和国国家标准

GB/T 534—2002

代替 GB 534—1989 GB/T 11198.1~11198.10—1989
GB/T 11198.14~11198.15—1989

工业硫酸

Sulphuric acid for industrial use

2002-09-24 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是修订 GB 534—1989《工业硫酸技术条件》和 GB/T 11198.1～11198.10—1989、GB/T 11198.14～11198.15—1989 等工业硫酸化学分析方法标准。

本标准与 GB 534—1989、GB/T 11198.1～11198.10—1989 和 GB/T 11198.14～11198.15—1989 相比主要变化如下：

- 标准名称修订为：工业硫酸；
- 取消了原标准中的特种硫酸产品分类；
- 提高了原标准中浓硫酸优等品中灰分、铁、铅、透明度的指标以及发烟硫酸优等品中灰分、铁、铅的指标，增加了浓硫酸优等品中汞含量和一等品中铅、汞含量的项目，增加了发烟硫酸中游离三氧化硫含量的质量分数为 25.0% 的指标；
- 取消了原标准中的铅含量测定的双硫脲光度法；
- 将原标准中分光光度法测定用参比液改用水为参比，比色皿改称吸收池，标准曲线改称工作曲线。
- 将原标准中不同量纲百分比浓度表示方法改为以克每升表示；
- 修改了检验规则的内容；
- 修改了包装、标志、运输和贮存的内容；
- 取消了原标准中的附录 B“用密度测量法估测硫酸浓度”；
- 将原标准的附录 C 改为附录 B。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准自实施之日起，同时代替 GB 534—1989，GB/T 11198.1～11198.10—1989，GB/T 11198.14～11198.15—1989。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由化学工业硫和硫酸标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位：南化集团研究院。

本标准主要起草人：张汝爱、邱爱玲、周洋鸥、徐占锋、蒋朝俊。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 534—1965、GB 534—1982、GB 534—1989；
- GB/T 11198.1～11198.10—1989、GB/T 11198.14～11198.15—1989。

工 业 硫 酸

1 范围

本标准规定了工业硫酸的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于由硫铁矿、硫磺、冶炼烟气制取的工业硫酸。

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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则

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

《产品质量仲裁检验和质量鉴定管理办法》国家质量技术监督局第4号令(1999年4月1日)

3 产品分类

工业硫酸分为浓硫酸和发烟硫酸两类。

4 要求

工业硫酸应符合表1的规定。

表 1

项 目	指 标					
	浓硫酸			发烟硫酸		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
硫酸(H_2SO_4)的质量分数/% $\geq$	92.5 或 98.0	92.5 或 98.0	92.5 或 98.0	—	—	—
游离三氧化硫(SO_3)的质量分数/% $\geq$	—	—	—	20.0 或 25.0	20.0 或 25.0	20.0 或 25.0
灰分的质量分数/% $\leq$	0.02	0.03	0.10	0.02	0.03	0.10
铁(Fe)的质量分数/% $\leq$	0.005	0.010	—	0.005	0.010	0.030
砷(As)的质量分数/% $\leq$	0.000 1	0.005	—	0.000 1	0.000 1	—
汞(Hg)的质量分数/% $\leq$	0.001	0.01	—	—	—	—
铅(Pb)的质量分数/% $\leq$	0.005	0.02	—	0.005	—	—
透明度/mm $\geq$	80	50	—	—	—	—
色度/mL $\leq$	2.0	2.0	—	—	—	—
注：指标中的“—”表示该类别产品的技术要求中没有此项目。						

5 试验方法

本标准中所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 的规定制备。

5.1 硫酸含量的测定和发烟硫酸中游离三氧化硫含量的计算

5.1.1 方法提要

以甲基红-次甲基蓝为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定以测得硫酸含量。或由测得的硫酸含量换算成游离三氧化硫含量。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

5.1.2.2 甲基红-次甲基蓝混合指示剂。

5.1.3 仪器、设备

玻璃安瓿球,如图 1 所示。

单位为毫米

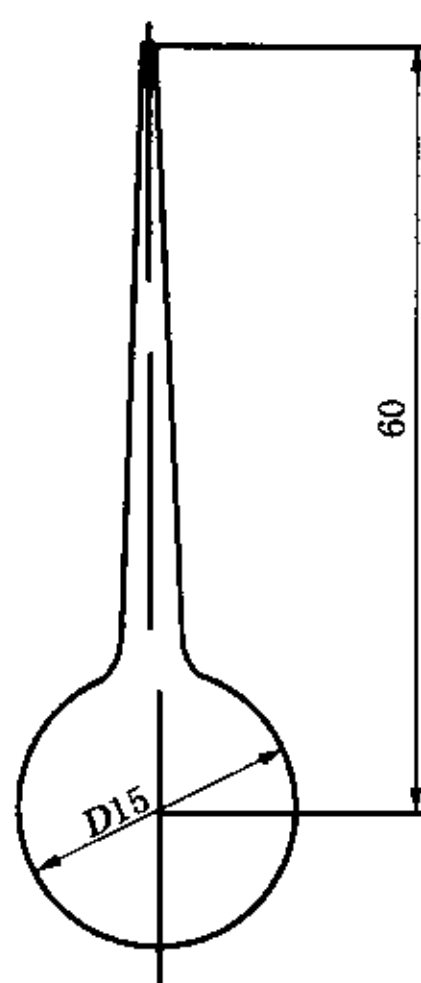


图 1 安瓿球

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试料溶液的制备

5.1.4.1.1 浓硫酸

用已称量的带磨口盖的小称量瓶,称取约 0.7 g 试样(精确至 0.000 1 g),小心移入盛有 50 mL 水的 250 mL 锥形瓶中,冷却至室温,备用。

5.1.4.1.2 发烟硫酸

将安瓿球称量(精确至 0.000 1 g),然后在微火上烤热球部,迅速将该球之毛细管插入试样中,吸入约 0.4 g~0.7 g 试样,立即用火焰将毛细管顶端烧结封闭,并用小火将毛细管外壁所沾上的酸液烤干,重新称量。

将已称量的安瓿球放入盛有 100 mL 水的具磨口塞的 500 mL 锥形瓶中,塞紧瓶塞,用力振摇以粉碎安瓿球,继续振摇直至雾状三氧化硫气体消失,打开瓶塞,用水冲洗瓶塞,再用玻璃棒轻轻压碎安瓿球的毛细管,用水冲洗瓶颈及玻璃棒,备用。

5.1.4.2 滴定

于试液(5.1.4.1.1)或(5.1.4.1.2)中,加2~3滴混合指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈灰绿色为终点。

5.1.4.3 分析结果的表述

5.1.4.3.1 浓硫酸

工业硫酸中硫酸的质量分数 $w_1(\%)$ 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{V}{1\,000} cM \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——滴定耗用的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实际浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——硫酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.04$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.1.4.3.2 发烟硫酸

发烟硫酸中游离三氧化硫的质量分数 $w_2(\%)$ 按式(2)计算或由附录A“发烟硫酸中游离三氧化硫含量换算表”查得。

$$w_2 = 4.444 \times (w_1 - 100) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_1 ——按5.1.4.3.1中式(1)算出的发烟硫酸中硫酸的质量分数,%;

4.444——游离三氧化硫含量的换算系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.1.4.4 允许差

5.1.4.4.1 浓硫酸中硫酸含量平行测定结果允许绝对差值不大于0.20%。

5.1.4.4.2 发烟硫酸中游离三氧化硫含量平行测定结果允许绝对差值不大于0.60%。

5.2 灰分的测定

5.2.1 方法提要

试料蒸发至干,灼烧,冷却后称量。

5.2.2 仪器、设备

5.2.2.1 铂皿(或石英皿、瓷皿):容量60 mL~100 mL。

5.2.2.2 高温电炉:可控制温度(800 ± 50)℃。

5.2.3 分析步骤

将铂皿(5.2.2.1)于高温电炉(5.2.2.2)内,在 $800^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 温度下灼烧15 min,置于干燥器中,冷却至室温称量,精确至0.000 1 g。

称取约25 g~50 g试样于铂皿中(精确至0.01 g),在沙浴(或可调温电炉)上小心加热蒸发至干,移入高温电炉(5.2.2.2)内,在 $800^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 温度下灼烧15 min,取出铂皿,置于干燥器中,冷却至室温后称量,精确至0.000 1 g。

5.2.4 分析结果的表述

工业硫酸中灰分的质量分数 $w_3(\%)$ 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m ——灼烧后灰分的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——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。

5.2.5 允许差

平行测定结果允许相对偏差见表 2。

表 2

灰分的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.020	≤10
≤0.020	≤20

5.3 铁含量的测定

5.3.1 邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

5.3.1.1 方法提要

试料蒸干后,残渣溶解于盐酸中,用盐酸羟胺还原溶液中的铁,在 pH 为 2~9 条件下,二价铁离子与邻菲罗啉反应生成橙色络合物,对此络合物作吸光度测定。

5.3.1.2 试剂和材料

5.3.1.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.3.1.2.2 盐酸溶液:1+10。

5.3.1.2.3 盐酸羟胺溶液:10 g/L。

5.3.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5。

5.3.1.2.5 邻菲罗啉盐酸溶液:1 g/L,称取 0.1 g 邻菲罗啉溶于少量水中,加入 0.5 mL 盐酸溶液(5.3.1.2.2),溶解后用水稀释至 100 mL,避光保存。

5.3.1.2.6 铁标准溶液:0.100 mg/mL,称取 0.863 5 g 硫酸铁铵,溶解于 200 mL 水中,移至 1 000 mL 容量瓶中,加 5 mL 浓盐酸,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.1.2.7 铁标准溶液:0.010 mg/mL,吸取铁标准溶液(5.3.1.2.6)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.3.1.3 仪器、设备

分光光度计。

5.3.1.4 分析步骤

5.3.1.4.1 试料溶液的制备

称取 10 g~20 g 试样(精确至 0.01 g)置于 50 mL 烧杯中,在沙浴(或可调温电炉)上蒸发至干,冷却,加 2 mL 盐酸溶液(5.3.1.2.2)和 25 mL 水,加热使其溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

若用测定灰分后的灼烧后残渣为试料,则先用 5 mL 硫酸(5.3.1.2.1)溶解残渣,蒸干,冷却,加 2 mL 盐酸溶液(5.3.1.2.2)和 25 mL 水,加热使其溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

5.3.1.4.2 工作曲线的制作

5.3.1.4.2.1 标准显色溶液的制备

取 11 个 50 mL 容量瓶,按表 3 所示,分别加入铁标准溶液(5.3.1.2.7)。

对每一个容量瓶中的溶液作下述处理:加水至约 25 mL,加 2.5 mL 盐酸羟胺溶液(5.3.1.2.3)和 5 mL 缓冲溶液(5.3.1.2.4),5 min 后加 5 mL 邻菲罗啉溶液(5.3.1.2.5)用水稀释至刻度,摇匀,放置 15 min~30 min,显色。

5.3.1.4.2.2 吸光度的测量

在 510 nm 波长处,用 1 cm 吸收池,以水为参比,将分光光度计的吸光度调整到零后,测出标准显色溶液(5.3.1.4.2.1)的吸光度。

5.3.1.4.2.3 工作曲线的绘制

从每一标准显色溶液的吸光度值(5.3.1.4.2.2),减去空白溶液的吸光度值(5.3.1.4.2.2),以所得吸光度值差为纵坐标,对应的铁质量为横坐标绘制工作曲线。

表 3

铁标准溶液体积 V/mL	对应铁质量 $m/\mu\text{g}$
0 ^a	0
2.5	25
5.0	50
7.5	75
10.0	100
12.5	125
15.0	150
17.5	175
20.0	200
22.5	225
25.0	250

^a 空白溶液。

5.3.1.4.3 试料的测定

5.3.1.4.3.1 显色

取一定量的试液(5.3.1.4.1),置于 50 mL 容量瓶中,加水至约 25 mL,然后按 5.3.1.4.2.1 中所述“加 2.5 mL 盐酸羟胺溶液(5.3.1.2.3)……”的步骤进行。

5.3.1.4.3.2 吸光度的测量

按 5.3.1.4.2.2 步骤,以水为参比,测量试液(5.3.1.4.3.1)的吸光度。

5.3.1.4.4 空白试验

在测定试液(5.3.1.4.1)的同时,用同样的步骤,同样数量的试剂,不加试液作空白试验。

5.3.1.5 分析结果的表述

从试液的吸光度值(5.3.1.4.3.2)减去空白试验的吸光度值(5.3.1.4.4),据所得吸光度值差从工作曲线(5.3.1.4.2.3)查出对应的铁质量,并按试液吸取比例计算出试样中的铁质量。

工业硫酸中铁的质量分数 $w_4(\%)$ 按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m ——试料中的铁含量的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——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。

5.3.1.6 允许差

平行测定结果允许相对偏差见表 4。

表 4

铁的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.005	≤ 10
≤ 0.005	≥ 20

5.3.2 原子吸收分光光度法

5.3.2.1 方法提要

试料蒸干后,残渣溶解于稀硝酸中,用原子吸收分光光度计在波长 248.3 nm 处以空气-乙炔火焰测定铁的吸光度,用标准曲线法计算测定结果。硫酸中的杂质不干扰测定。

5.3.2.2 试剂和材料

5.3.2.2.1 硝酸溶液:1+2。

5.3.2.2.2 铁标准溶液:1 mg/mL,称取 8.635 g 硫酸铁铵,溶解于 600 mL 水中,加 65 mL 硝酸溶液(5.3.2.2.1),移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.3.2.2.3 乙炔:由乙炔钢瓶或乙炔发生器供给。

5.3.2.2.4 空气:由空气压缩机供给。

5.3.2.3 仪器、设备

5.3.2.3.1 称量移液管,容量约 10 mL,如图 2 所示。

5.3.2.3.2 滴瓶,容量约 30 mL。

5.3.2.3.3 原子吸收分光光度计(附有铁空心阴极灯)。

单位为毫米

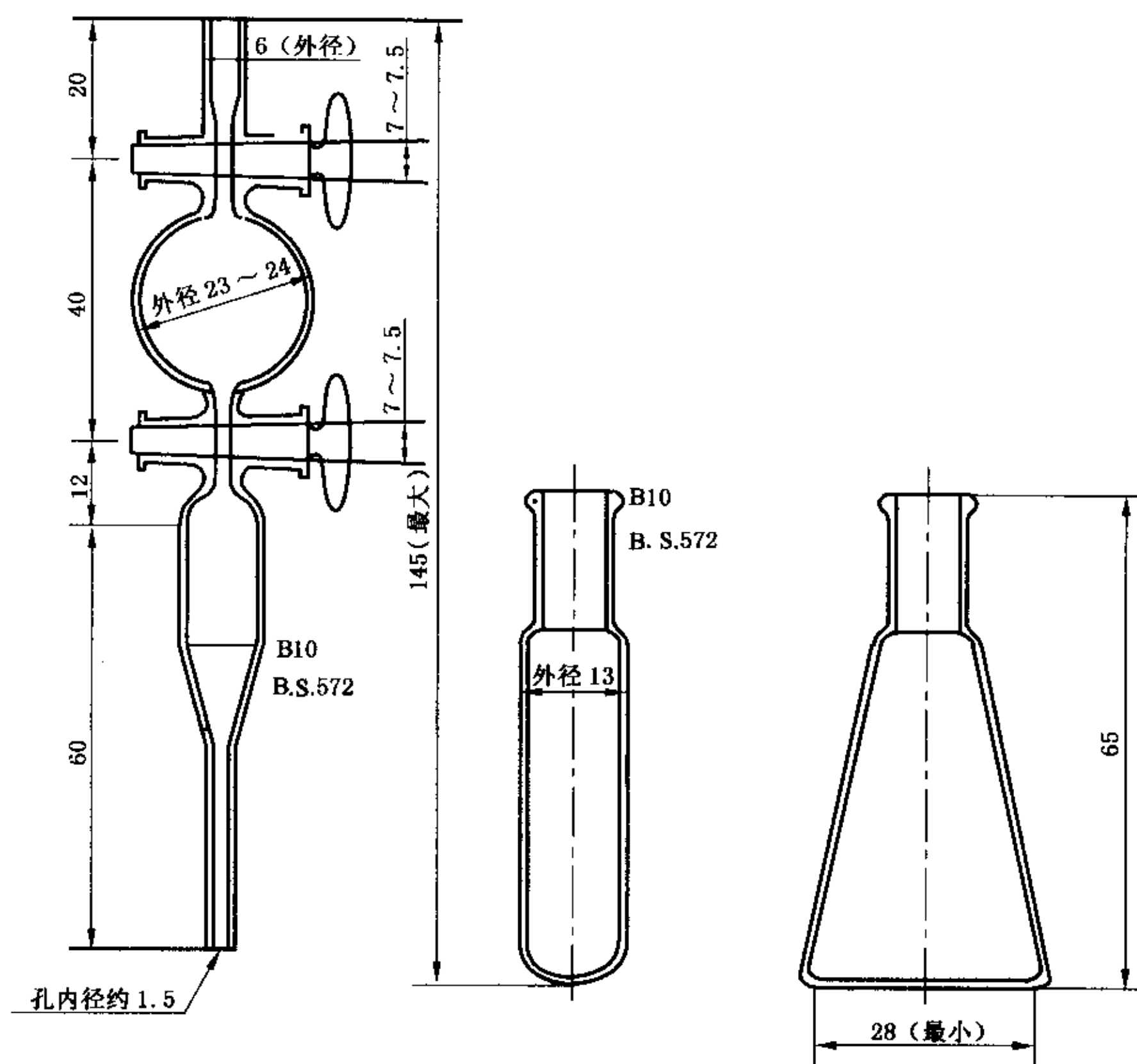


图 2 称量移液管

5.3.2.4 分析步骤

5.3.2.4.1 试料溶液的制备

用装满试样的称量移液管(5.3.2.3.1)或滴瓶(5.3.2.3.2),以差减法称取约 2 g 试样(精确至 0.01 g)移至烧杯中,在沙浴(或可调温电炉)上小心蒸发至干,冷却,加 5 mL 硝酸溶液(5.3.2.2.1)和 25 mL 水,加热溶解残渣,再蒸发至干,冷却,加 5 mL 硝酸溶液(5.3.2.2.1)溶解残渣,移至 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

5.3.2.4.2 工作曲线的制作

每次测定,均需同时制作工作曲线。

5.3.2.4.2.1 标准溶液的制备

取 6 个 100 mL 容量瓶,按表 5 所示,分别加入铁标准溶液(5.3.2.2.2)。

往每个容量瓶中,加入 50 mL 硝酸溶液(5.3.2.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

表 5

铁标准溶液体积 V/mL	对应铁含量 $m/(\mu\text{g/mL})$
0 ^a	0
0.5	5
1.0	10
2.0	20
3.0	30
4.0	40
^a 空白溶液。	

5.3.2.4.2.2 吸光度的测量

将原子吸收分光光度计(5.3.2.3.3)调至最佳工作状态,点燃空气-乙炔火焰,以水净化燃烧器,使仪器稳定后,在波长 248.3 nm 处测量铁标准溶液(5.3.2.4.2.1)的吸光度。

注:仪器的最佳工作条件随仪器型号或其他因素不同而有差异,因此未作具体规定。

5.3.2.4.2.3 工作曲线的绘制

从每一标准溶液的吸光度值(5.3.2.4.2.2),减去空白溶液的吸光度值(5.3.2.4.2.2),以所得吸光度值差为纵坐标,对应的铁含量为横坐标绘制工作曲线。

5.3.2.4.3 试料的测定

按 5.3.2.4.2.2 条步骤,在波长 248.3 nm 处测定试液(5.3.2.4.1)的吸光度值。

5.3.2.4.4 空白试验

在测定试液的同时,用 5 mL 硝酸溶液(5.3.2.2.1)代替试液(5.3.2.4.1),按 5.3.2.4.1 和 5.3.2.4.2.2 步骤作空白试验。

5.3.2.5 分析结果的表述

从试液的吸光度值(5.3.2.4.3)减去空白试验的吸光度值(5.3.2.4.4),据所得吸光度值差从工作曲线(5.3.2.4.2.3)查出对应的铁含量,并按试液的体积计算出试样中的铁质量。

工业硫酸中铁的质量分数 $w_5(\%)$ 按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m ——试料中的铁的的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——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。

5.3.2.6 允许差

平行测定结果允许相对偏差见表 6。

表 6

铁的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.005	≤10
≤0.005	≤20

5.4 砷含量的测定

5.4.1 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

在硫酸介质中,用金属锌将砷还原为砷化氢,以二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液吸收,对生成的紫红色胶态银溶液作吸光度测定。

5.4.1.2 试剂和材料

5.4.1.2.1 硫酸溶液:2+3。

5.4.1.2.2 氢氧化钠溶液:50 g/L。

5.4.1.2.3 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液:5 g/L,该溶液应保存在密闭棕色玻璃瓶中,有效期为两周(该溶液简称为 AgDDTC-吡啶溶液)。

5.4.1.2.4 乙酸铅溶液:200 g/L。

5.4.1.2.5 乙酸铅棉花:用乙酸铅溶液(5.4.1.2.4)将脱脂棉浸透,取出在室温下晾干,保存在密闭容器中。

5.4.1.2.6 碘化钾溶液:150 g/L。

5.4.1.2.7 盐酸溶液:3+1。

5.4.1.2.8 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L,溶解 40 g 氯化亚锡于 100 mL 盐酸(5.4.1.2.7)中。

5.4.1.2.9 无砷金属锌:粒径 0.5 mm~1 mm 或 5 mm。粒径 5 mm 者使用前需用盐酸溶液(1+1)处理,然后用蒸馏水洗净。

5.4.1.2.10 砷标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$,称取 0.132 0 g 三氧化二砷(优级纯),置于 100 mL 烧杯中,用 2 mL 氢氧化钠溶液(5.4.1.2.2)溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.1.2.11 砷标准溶液:2.0 $\mu\text{g/mL}$,吸取砷标准溶液(5.4.1.2.10)20.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用时现配。

5.4.1.3 仪器、设备

5.4.1.3.1 分光光度计。

5.4.1.3.2 定砷仪,如图 3 所示,包括:100 mL 锥形瓶(A),用于发生砷化氢;连接导管(B),用于捕集砷化氢,并将砷化氢导入吸收管;吸收管(C),吸收砷化氢用。

单位为毫米

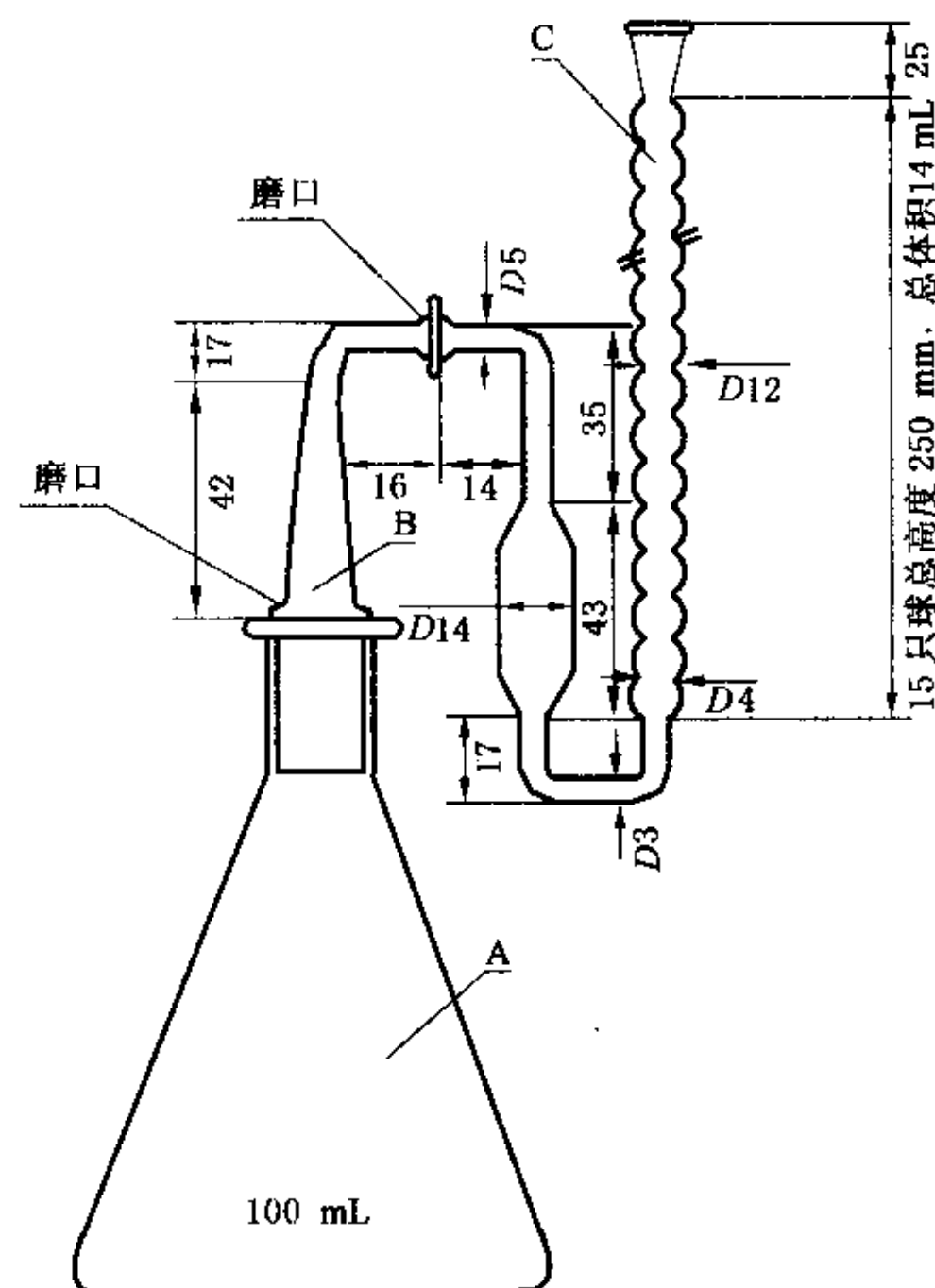


图 3 定砷仪

5.4.1.4 分析步骤

本测定应在通风柜中进行。
测定前应以洗液洗净定砷仪,并用水清洗,烘干。

5.4.1.4.1 试料溶液的制备

称取约 10 g~20 g 试样(精确至 0.01 g)(当试样中砷含量太低时,可增加试样量),移至 50 mL 烧杯中,在沙浴(或可调温电炉)上小心加热,蒸发至 5 mL,备用。

- a) 若试样中砷含量小于 20 μg ,将其慢慢倒入盛有适量水的锥形瓶(5.4.1.3.2)中,操作时尽量保持瓶内温度接近于室温,并使最后溶液体积约为 50 mL,其浓度 $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = (2\sim4) \text{mol/L}$;
- b) 若试样中砷含量大于 20 μg ,于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,移出部分试液(含砷量不大于 20 μg)于锥形瓶(5.4.1.3.2)中,并加水和酸使其最后总体积约为 50 mL,其浓度 $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = (2\sim4) \text{mol/L}$ 。

5.4.1.4.2 工作曲线的制作

每换一批锌粒或新配一次 AgDDTC-吡啶溶液,必须重新制作工作曲线。

5.4.1.4.2.1 标准显色溶液的制备

取 7 个定砷用的锥形瓶(5.4.1.3.2),按表 7 所示,分别加入砷标准溶液(5.4.1.2.11)。

表 7

砷标准溶液体积 V/mL	对应砷质量 $m/\mu\text{g}$
0 ^a	0
1.0	2
2.0	4
4.0	8
6.0	12
8.0	16
10.0	20
^a 空白溶液。	

对每一锥形瓶中的溶液作下述处理:加 10 mL 硫酸溶液(5.4.1.2.1)和适量水,使溶液的体积为 50 mL,再加 2 mL 碘化钾溶液(5.4.1.2.6)和 2 mL 氯化亚锡溶液(5.4.1.2.8),摇匀,静置 15 min。

在每支连接管末端塞入少量乙酸铅棉花(5.4.1.2.5),用于捕集反应时逸出的硫化氢。

吸取 5.0 mL AgDDTC-吡啶溶液(5.4.1.2.3)置于吸收管中,往每个锥形瓶中加入 5 g 无砷金属锌(5.4.1.2.9),立即按图 3 所示装好仪器,塞紧瓶塞,放置 45 min,使反应完全。

5.4.1.4.2.2 吸光度的测量

在 540 nm 波长处,用 1 cm 吸收池以水为参比,将分光光度计(5.4.1.3.1)的吸光度调整到零后,测出各标准显色溶液(5.4.1.4.2.1)的吸光度。

5.4.1.4.2.3 工作曲线的绘制

从每一标准显色溶液的吸光度值减去空白溶液的吸光度值,以所得吸光度值差为纵坐标,对应的砷质量为横坐标,绘制工作曲线。

5.4.1.4.3 试料的测定

5.4.1.4.3.1 显色

往盛有试液(5.4.1.4.1)的锥形瓶中加 2 mL 碘化钾溶液(5.4.1.2.6)和 2 mL 氯化亚锡溶液(5.4.1.2.8),摇匀,静置 15 min,然后按 5.4.1.4.2.1 中所述“在每支连接管末端塞入少量乙酸铅棉花

(5.4.1.2.5)……”的步骤进行。

若试料中含二氧化硫较多,应预先加入高锰酸钾溶液数滴至呈现红色,再加碘化钾溶液与氯化亚锡溶液;若铁离子的质量分数高于0.01%时,应加入10 mL 500 g/L酒石酸溶液掩蔽之。

5.4.1.4.3.2 吸光度的测量

测定步骤同5.4.1.4.2.2。

5.4.1.4.3.3 空白试验

在测定试液的同时,用10 mL 硫酸溶液(5.4.1.2.1)代替试液(5.4.1.4.1),按5.4.1.4.1和5.4.1.4.3步骤作空白试验。

5.4.1.5 分析结果的表述

从试液吸光度值(5.4.1.4.3.2)减去空白试验的吸光度值(5.4.1.4.3.3),据所得吸光度值差,从工作曲线(5.4.1.4.2.3)查出对应的砷质量,并按试液吸取的比例计算出试样中的砷质量。

工业硫酸中砷的质量分数 w_6 (%)按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m ——试料中的砷的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——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。

5.4.1.6 允许差

平行测定结果允许相对偏差见表8。

表 8

砷的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.005	≤ 10
$0.005 \sim 0.0001$	≤ 20
<0.0001	≤ 30

5.4.2 砷斑法

5.4.2.1 方法提要

在硫酸介质中,金属锌将砷还原为砷化氢,砷化氢与溴化汞反应生成棕色砷斑,与标准色斑比较。

5.4.2.2 试剂和材料

5.4.2.2.1 溴化汞试纸。

5.4.2.2.2 硫酸溶液:2+3。

5.4.2.2.3 碘化钾溶液:150 g/L。

5.4.2.2.4 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L,按5.4.1.2.8配制。

5.4.2.2.5 无砷金属锌:粒径0.5 mm~1 mm或5 mm。粒径5 mm者使用前需用盐酸溶液(1+1)处理,然后用蒸馏水洗净。

5.4.2.2.6 乙酸铅棉花:按5.4.1.2.5配制。

5.4.2.2.7 砷标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$,按5.4.1.2.10配制。

5.4.2.2.8 砷标准溶液:2.0 $\mu\text{g/mL}$,按5.4.1.2.11配制。

5.4.2.3 仪器、设备

定砷仪,规格和装置按GB/T 610.1—1988的规定。

5.4.2.4 分析步骤

5.4.2.4.1 试料溶液的制备

按 5.4.1.4.1 操作。每份试液含砷量应不大于 10 μg 。

5.4.2.4.2 标准色斑的制作

分别吸取 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 砷标准溶液(5.4.2.2.8),置于定砷仪的广口瓶中,加入 10 mL 硫酸溶液(5.4.2.2.2)和一定量的水,使体积约为 50 mL,再分别加 2 mL 碘化钾溶液(5.4.2.2.3)和 2 mL 氯化亚锡溶液(5.4.2.2.4),摇匀,静置 15 min,加入 5 g 无砷金属锌(5.4.2.2.5),立即按 GB/T 610.1—1988 中的定砷装置图所示连接好仪器,使反应进行 45 min,取出溴化汞试纸(5.4.2.2.1)并注明相应的砷质量,用熔融石蜡浸透,贮于干燥器中。

5.4.2.4.3 试料的测定

在盛有试液(5.4.2.4.1)的广口瓶中,加 2 mL 碘化钾溶液(5.4.2.2.3)和 2 mL 氯化亚锡溶液(5.4.2.2.4),摇匀,静置 15 min,加入 5 g 无砷金属锌(5.4.2.2.5),立即按 GB/T 610.1—1988 中的定砷装置图所示连接好仪器,使反应进行 45 min,取出溴化汞试纸(5.4.2.2.1)与标准色斑(5.4.2.4.2)比较,并按试液吸取的比例计算出试样中的砷质量。

5.4.2.5 分析结果的表述

工业硫酸中砷的质量分数 w_7 (%)按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m ——与标准色斑比较,试料中的砷的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.5 铅含量的测定 原子吸收分光光度法

5.5.1 方法原理

试料蒸干后,残渣溶解于稀硝酸中,用原子吸收分光光度计,在波长为 283.3 nm 处,以空气-乙炔火焰测定铅的吸光度,用标准曲线法计算测定结果,硫酸中的杂质不干扰测定。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 硝酸溶液:1+2。

5.5.2.2 铅标准溶液:1 mg/mL,称取 1.600 g 预先在 105℃烘至恒重的硝酸铅,溶解于 600 mL 水和 65 mL 浓硝酸中,移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.3 铅标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$,吸取 10.0 mL 铅标准溶液(5.5.2.2),置于 100 mL 容量瓶中,加 50 mL 硝酸溶液(5.5.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.4 乙炔:由乙炔钢瓶或乙炔发生器供给。

5.5.2.5 空气:由空气压缩机供给。

5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 称量移液管:容量约 10 mL,如图 2 所示。

5.5.3.2 滴瓶:容量约为 30 mL。

5.5.3.3 原子吸收分光光度计:包括铅空心阴极灯。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试料溶液的制备

用装满试样的称量移液管(5.5.3.1)或滴瓶(5.5.3.2),以差减法称取试样 2 g~10 g(称准至 0.01 g),移置 100 mL 烧杯中,在沙浴(或可调温电炉)上蒸发至干,冷却,加 5 mL 硝酸溶液(5.5.2.1)和 25 mL 水,加热至残渣溶解。蒸发至干,再次用 5 mL 硝酸溶液(5.5.2.1)溶解残渣,小心移入 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.4.2 工作曲线的制作

每次测定,均须同时制作工作曲线。

5.5.4.2.1 标准溶液的制备

取 6 个 50 mL 容量瓶,按表 9 所示,分别加入铅标准溶液(5.5.2.3)。
往每个容量瓶中,加入 25 mL 硝酸溶液(5.5.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.4.2.2 吸光度的测量

将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态,点燃空气-乙炔火焰,以水净化燃烧器,待仪器稳定后,在波长 283.3 nm 处测量铅标准溶液(5.5.4.2.1)的吸光度。

注:仪器的最佳工作条件随仪器型号或其他因素不同而有差异,因此未作具体规定。

表 9

铅标准溶液体积 V/mL	对应铅含量/(μg/mL)
0 ^a	0
2.0	4
4.0	8
6.0	12
8.0	16
10.0	20
^a 空白溶液。	

5.5.4.2.3 工作曲线的绘制

从每一个标准溶液的吸光度值(5.5.4.2.2)减去空白溶液的吸光度值,得到相应的吸光度值差。以铅含量为横坐标,对应的吸光度值差为纵坐标,绘制工作曲线。

5.5.4.3 空白试验

在测定试液的同时,用 5 mL 硝酸溶液(5.5.2.1)代替试液,按 5.5.4.1 和 5.5.4.2.2 作空白试验。

5.5.4.4 试料的测定

按 5.5.4.2.2 条步骤,在 283.3 nm 波长处,测定试液(5.5.4.1)的吸光度值。

5.5.5 分析结果的表述

从试液的吸光度值(5.5.4.4)减去空白试验的吸光度值(5.5.4.3),以所得吸光度值差,从工作曲线(5.5.4.2.3)查得对应的铅含量,并按试液的体积计算出试样的铅质量。

工业硫酸中铅的质量分数 w_8 (%)按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:
 m ——试料中的铅的质量的数值,单位为克(g);
 m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

以测定结果的算术平均值为测定结果。

5.5.6 允许差

平行测定结果允许相对偏差见表 10。

表 10

铅的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.005	≤ 20
≤ 0.005	≤ 25

5.6 汞含量的测定

5.6.1 双硫腙分光光度法(仲裁法)

5.6.1.1 方法提要

试料中的汞,用高锰酸钾氧化成二价汞离子。用盐酸羟胺还原过量的氧化剂,加入盐酸羟胺和乙二胺四乙酸二钠消除铜和铁的干扰。在 pH 为 0~2 范围内,用双硫脲三氯甲烷溶液萃取。在 490 nm 处测量萃取溶液的吸光度。

5.6.1.2 试剂和材料

5.6.1.2.1 硫酸溶液:100 g/L。

5.6.1.2.2 硫酸溶液:490 g/L。

5.6.1.2.3 乙酸溶液:360 g/L,用密度 ρ 约为 1.05 g/mL 的无水乙酸(冰醋酸)配制。

5.6.1.2.4 乙二胺四乙酸二钠溶液:7.45 g/L,溶解 7.45 g 乙二胺四乙酸二钠于水中,移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.6.1.2.5 高锰酸钾溶液:40 g/L。

5.6.1.2.6 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.6.1.2.7 双硫脲三氯甲烷溶液:150 mg/L,用三氯甲烷配制该溶液,并储存于密封,干燥的棕色瓶中。保存于 25℃ 以下,两周内有效。

注:双硫脲试剂的提纯参见附录 B(资料性附录)。

5.6.1.2.8 双硫脲三氯甲烷溶液:3 mg/L,吸取 10.0 mL 双硫脲溶液(5.6.1.2.7)置于 500 mL 容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。该溶液使用时现配,置于阴凉处。

5.6.1.2.9 汞标准溶液(1 mg/mL):称取 1.354 g 氯化汞,溶解于 25 mL 浓盐酸中,定量地移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液置于阴凉处,两个月内有效。

5.6.1.2.10 汞标准溶液:20 μ g/mL,吸取 10.0 mL 标准溶液(5.6.1.2.9),置于 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 浓盐酸,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.6.1.2.11 汞标准溶液:1 μ g/mL,吸取 10.0 mL 汞标准溶液(5.6.1.2.10),置于 200 mL 容量瓶中,加入 5 mL 浓盐酸,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

5.6.1.3 仪器、设备

5.6.1.3.1 试验用常规仪器。

测定前,凡未曾用于汞含量测定的仪器,包括盛放试剂和试样的玻璃瓶,应按下列方法顺序洗涤:

- 器壁上如有油污,则用肥皂和刷子刷洗;
- 用硝酸溶液洗涤;
- 用高锰酸钾洗液洗涤,其配制方法为:4 体积硫酸溶液(5.6.1.2.1)与 1 体积高锰酸钾溶液(5.6.1.2.5)混合。

5.6.1.3.2 分光光度计。

5.6.1.4 分析步骤

5.6.1.4.1 试料溶液的制备

称取试样约 10 g(精确至 0.01 g),小心缓慢地移入盛有 15 mL 水的 100 mL 烧杯中,冷却至室温。滴加高锰酸钾溶液(5.6.1.2.5)使溶液呈紫红色。盖上表面皿,在 60℃ 水浴中放置 30 min。

冷却至室温,逐滴加入盐酸羟胺溶液(5.6.1.2.6),使紫红色褪尽。

将试液移入 500 mL 分液漏斗中,漏斗的颈部应预先擦干,并塞入一小团脱脂棉。

试样中的汞含量大于 10 μ g,应适当减少取样量,同时添加硫酸溶液(5.6.1.2.2)使硫酸总量约为 10 g。

5.6.1.4.2 工作曲线的制作

5.6.1.4.2.1 标准显色溶液的制备

取 6 个 500 mL 分液漏斗,用棉花或滤纸擦干其颈部,并塞入一小团脱脂棉,按表 11 所示,分别加入汞标准溶液(5.6.1.2.11)。

表 11

汞标准溶液体积 V/mL	对应汞含量 m/μg
0 ^a	0
2.0	2
4.0	4
6.0	6
8.0	8
10.0	10

^a 空白溶液。

对每一分液漏斗中的溶液作下述处理:加入 20 mL 硫酸溶液(5.6.1.2.2)用水稀释至 200 mL,加 1 mL 盐酸羟胺溶液(5.6.1.2.6),10 mL 乙酸溶液(5.6.1.2.3),10 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(5.6.1.2.4)和 20.0 mL 双硫脲三氯甲烷溶液(5.6.1.2.8),剧烈振荡 1 min,静置 10 min,使两相分层。

5.6.1.4.2.2 吸光度的测量

放出部分有机相(5.6.1.4.2.1),置于 3 cm 的吸收池中,在 490 nm 波长处,以水为参比,将分光光度计(5.6.1.3.2)的吸光度调整到零后,测出各标准溶液的吸光度。

5.6.1.4.2.3 工作曲线的绘制

从每一标准溶液的吸光度值减去空白溶液的吸光度值,以所得吸光度值差为纵坐标,相应的汞质量为横坐标,绘制工作曲线。

5.6.1.4.3 试料的测定

5.6.1.4.3.1 显色

往盛有试液(5.6.1.4.1)的分液漏斗中,加水至约 200 mL,然后按 5.6.1.4.2.1 中所述“加 1 mL 盐酸羟胺溶液(5.6.1.2.6)……”步骤进行。

5.6.1.4.3.2 吸光度的测量

按 5.6.1.4.2.2 步骤,测量试液(5.6.1.4.3.1)的吸光度。

5.6.1.4.4 空白试验

在测定的同时,用添加到试样(5.6.1.4)中相同数量的硫酸溶液(5.6.1.2.2)代替试样,按 5.6.1.4.1 和 5.6.1.4.3 步骤作空白试验。

5.6.1.5 分析结果的表述

从试液的吸光度值(5.6.1.4.3.2)减去空白试验的吸光度值(5.6.1.4.4),根据所得吸光度值差,从工作曲线(5.6.1.4.2.3)查出对应的汞的质量。

工业硫酸中汞的质量分数 w_9 (%)按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m ——试料中的汞的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——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。

5.6.1.6 允许差

平行测定结果允许相对偏差见表 12。

表 12

汞的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.005	≤20
≤0.005	≤25

5.6.2 冷原子吸收分光光度法

5.6.2.1 方法提要

试料中的汞,用高锰酸钾氧化成二价汞离子。

过量的氧化剂用盐酸羟胺还原,二价汞离子由氯化亚锡还原成汞,用空气或氮气作载气携带汞蒸气通过测量池。

用原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪,在 253.7 nm 波长处测定其吸光度。

5.6.2.2 试剂和材料

5.6.2.2.1 硫酸溶液:100 g/L。

5.6.2.2.2 硫酸溶液:490 g/L。

5.6.2.2.3 盐酸溶液:11 g/L。

5.6.2.2.4 高锰酸钾溶液:约 40 g/L。

5.6.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.6.2.2.6 氯化亚锡盐酸溶液:100 g/L 盐酸溶液,称取 25 g 氯化亚锡溶于 50 mL 热的浓盐酸中,冷却后移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

5.6.2.2.7 碘溶液:2.5 g/L。

5.6.2.2.8 汞标准溶液:1 mg/mL,称取 1.354 g 氯化汞,溶解于 25 mL 浓盐酸中,定量地移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液置于阴凉处,两个月内有效。

5.6.2.2.9 汞标准溶液(0.1 $\mu\text{g/mL}$ 或 1.0 $\mu\text{g/mL}$):吸取一定量的汞标准溶液(5.6.2.2.8),用 11 g/L 盐酸溶液准确稀释至相应的体积,摇匀。

注:此溶液使用时现配,并视样品中含汞量的多少,决定采用哪种浓度的汞标准溶液。

5.6.2.3 仪器、设备

5.6.2.3.1 试验用常规仪器。

测定前,凡未曾用于汞含量测定的仪器,包括盛放试剂和试样的玻璃瓶,应按下列方法顺序洗涤:

- 器壁上如有油污,则用肥皂和刷子刷洗;
- 用硝酸溶液洗涤;
- 用高锰酸钾洗液洗涤,其配制方法为:4 体积硫酸溶液(5.6.2.2.1)与 1 体积的高锰酸钾溶液(5.6.2.2.4)混合。

一套典型的吹气(或吸气)测定系统组成的装置,如图 4 所示。

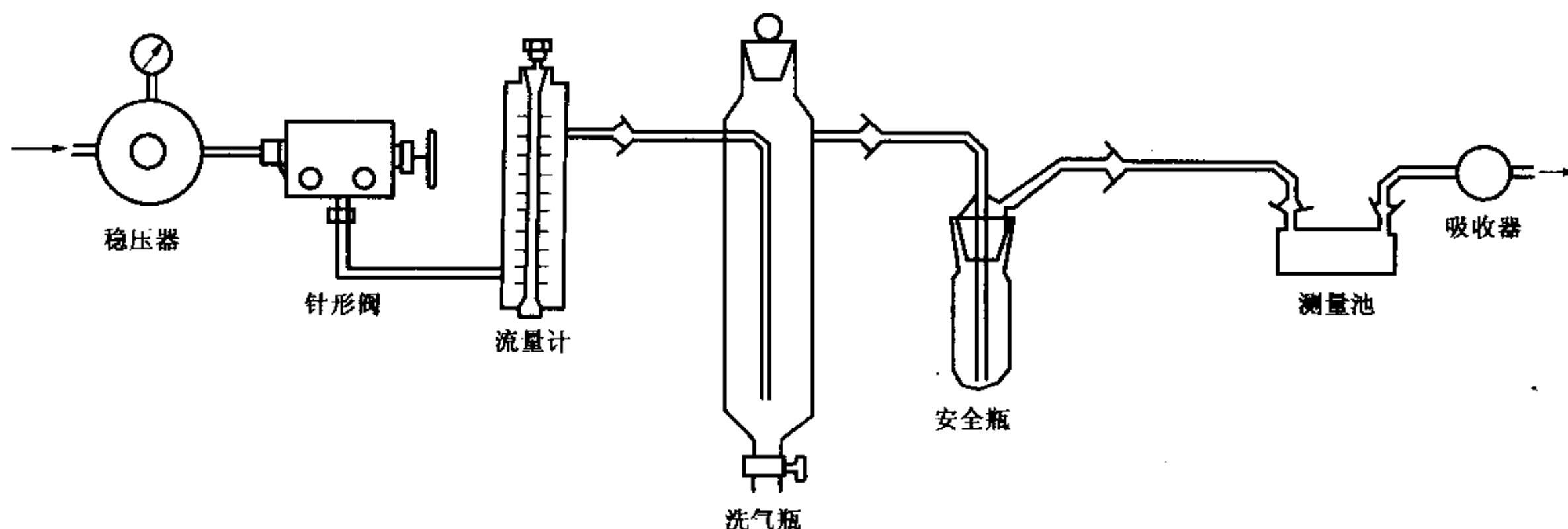


图 4 吹气(或吸气)测定系统装置

5.6.2.3.2 原子吸收分光光度计(或紫外吸收式测汞仪):具低压汞灯或空心阴极灯。

5.6.2.3.3 快速响应记录仪(或最大偏转指示器)。

5.6.2.3.4 测量池:长度应适当(1 cm 或 10 cm),两端窗口应为石英玻璃,用以透过波长约 253.7 nm 的紫外光,为防止蒸汽凝结,必要时可用灯泡或径向加热器稍微加热测量池。

表 14

汞的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.005	≤20
≤0.005	≤25

5.7 透明度的测定

5.7.1 仪器、设备

5.7.1.1 玻璃透视管：如图 6 所示。

5.7.1.2 方格色板：于 40 mm×40 mm×3 mm 毛玻璃上，用黑油漆绘制 4 mm×4 mm 的小格，如图 7 所示。

5.7.1.3 光源：于 160 mm×160 mm 木匣内装 220 V、60 W 灯泡一只，上盖开口，紧密地装上方格色板，色板与灯泡距离约为 10 mm。

单位为毫米

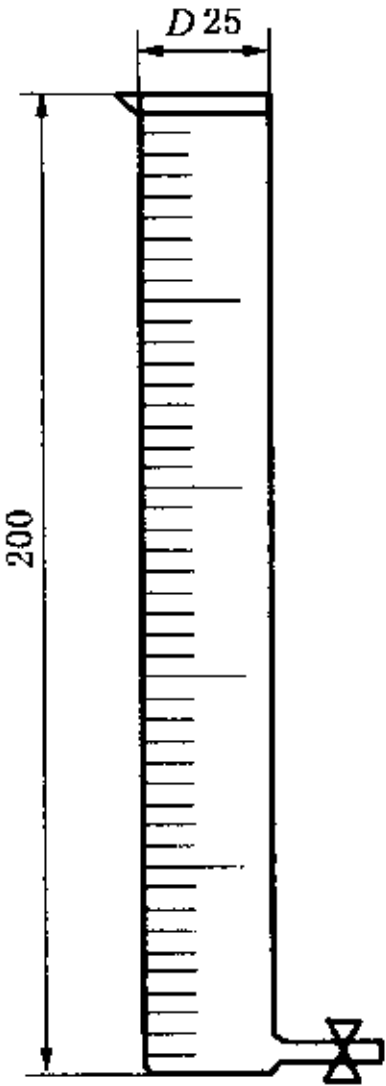


图 6 玻璃透视管

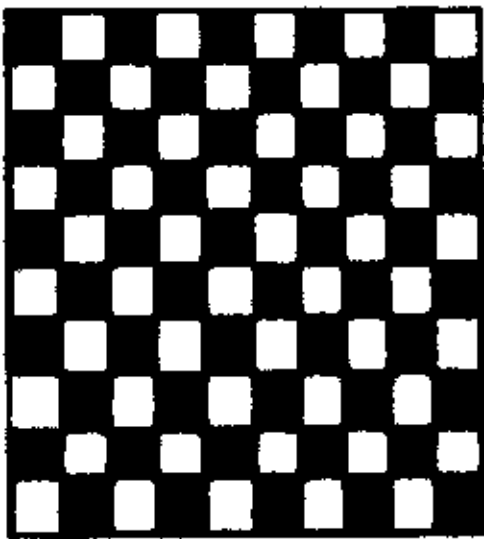


图 7 方格色板

5.7.2 分析步骤

将盛满试样的透视管置于光源的方格色板上，从液面上方观察方格的轮廓，并从排液口小心放出试样直至能清晰辨别方格并黑白分明，停止排放，记录试样液面高度值。

5.7.3 分析结果的表述

取测得的试样液面高度值为透明度的测定结果。

5.8 色度的测定

按图 4 所示,连接整套测汞装置。如使用原子吸收分光光度计,则把测量池(5.6.2.3.4)置于光路中,依原子吸收分光光度计或紫外吸收式测汞仪的使用说明,将仪器(5.6.2.3.2)调整至最佳工作状态,通入空气或氮气,调节其流量为 1 L/min。

对每一标准溶液(5.6.2.4.2.1)作如下处理:

逐滴加入盐酸羟胺溶液(5.6.2.2.5),使紫红色褪尽。

将溶液全部移入洗气瓶(5.6.2.3.5)中,用水准确稀释至 50 mL 标线处,加入 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液(5.6.2.2.6),迅速盖上瓶塞,测出记录纸上的峰高或记录仪指示的吸光度值。

5.6.2.4.2.3 工作曲线的绘制

从每一标准溶液的吸光度值减去空白溶液的吸光度值,得到相应的吸光度值差,以汞含量为横坐标,相应的吸光度值差为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6.2.4.3 试料的测定

按 5.6.2.4.2.2 和 5.6.2.4.2.3 步骤,测定试液(5.6.2.4.1)的吸光度值。

表 13

标准曲线样品含汞量 $m/\mu\text{g}$	汞标准溶液		对应汞质量 $m/\mu\text{g}$
	浓度 $c/(\mu\text{g/mL})$	体积 V/mL	
0~1.0	0.1	0 ^a	0
		2.0	0.2
		4.0	0.4
		6.0	0.6
		8.0	0.8
		10.0	1.0
0~10.0	1.0	0 ^a	0
		2.0	2.0
		4.0	4.0
		6.0	6.0
		8.0	8.0
		10.0	10.0

^a 空白溶液。

5.6.2.4.4 空白试验

在测定试样的同时,用 1 mL 硫酸溶液(5.6.2.2.2)代替试样,按 5.6.2.4.1 和 5.6.2.4.3 步骤,作空白试验。

5.6.2.5 分析结果的表述

由测得的吸光度值(5.6.2.4.3)减去空白试验的吸光度值(5.6.2.4.4),求得吸光度值差,从工作曲线(5.6.2.4.2.3)查得对应的汞质量,并按试液吸取比例计算出试样中的汞质量。

工业硫酸中汞的质量分数 $w_{10}(\%)$ 按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

m ——试料中的汞的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——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。

5.6.2.6 允许差

平行测定结果允许相对偏差见表 14。

5.6.2.3.5 洗气瓶:容积约为 100 mL,标示有 50 mL 容积的刻度,且具有磨口塞和底端排液管,如图 5 所示。

5.6.2.3.6 安全瓶:容积为 100 mL。也可用装有高氯酸镁的干燥管更换此安全瓶,此时,测量池(5.6.2.3.4)即无须用灯泡或径向加热器加热。

5.6.2.3.7 针形阀。

5.6.2.3.8 稳压器。

5.6.2.3.9 流量计:0 L/min~2.5 L/min。

5.6.2.3.10 吸收器:内盛碘溶液(5.6.2.2.7),用以吸收排出气中的汞蒸气。

5.6.2.3.11 称量移液管:容量约为 10 mL,如图 2 所示。

5.6.2.3.12 滴瓶:容量约 30 mL。

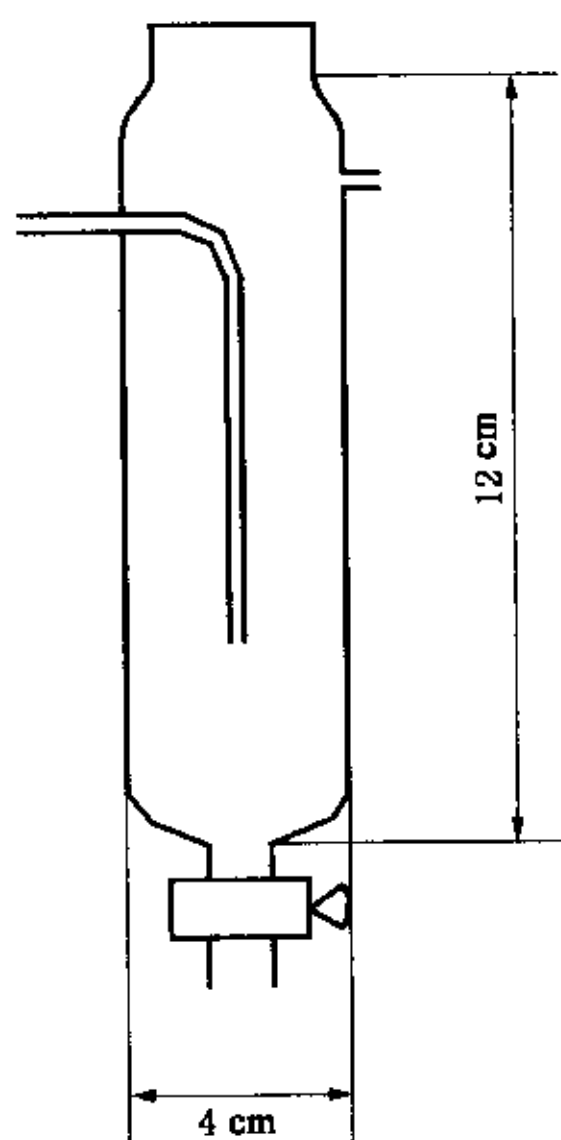


图 5 洗气瓶

5.6.2.4 分析步骤

5.6.2.4.1 试料溶液的制备

用装满试样的称量移液管(5.6.2.3.11)或滴瓶(5.6.2.3.12)以差减法称取 2 g 试样(精确至 0.01 g),小心缓慢地移入盛有 20 mL 水的 50 mL 烧杯中,加入 0.5 mL 高锰酸钾溶液(5.6.2.2.4),盖上表面皿,加热煮沸数秒钟,冷却至室温。

如果试样中的汞含量较高,应作适当稀释,取部分稀释液添加 1 mL 硫酸溶液(5.6.2.2.2),作汞含量测定。

5.6.2.4.2 工作曲线的制作

每次测定,均应同时绘制工作曲线。

根据含汞量的多少,选作下列两曲线之一:

含汞量 $0\ \mu\text{g}\sim 1\ \mu\text{g}$,或含汞量 $0\ \mu\text{g}\sim 10\ \mu\text{g}$ 。

5.6.2.4.2.1 标准溶液的制备

取 6 个 50 mL 烧杯,按表 13 分别加入汞标准溶液,再分别加入 20 mL 水,1 mL 硫酸溶液(5.6.2.2.2),0.5 mL 高锰酸钾溶液(5.6.2.2.4)。盖上表面皿,加热煮沸数秒钟,冷却至室温。

5.6.2.4.2.2 吸光度的测量

5.8.1 试剂和材料

5.8.1.1 氨水: $\rho=0.91\text{ g/cm}^3$ 。

5.8.1.2 硫化钠溶液:20 g/L。

5.8.1.3 明胶溶液:10 g/L。

5.8.1.4 铅标准溶液:0.1 mg/mL,称准0.1831 g 乙酸铅,用水溶解,移入1000 mL容量瓶中,如果浑浊可加几滴乙酸,然后加水稀释至刻度。

5.8.2 分析步骤

于二支50 mL比色管中,其一加入20 mL试样,另一只依次加入10 mL水,3 mL明胶溶液(5.8.1.3)、2~3滴氨水(5.8.1.1)、3 mL硫化钠溶液(5.8.1.2)及铅标准溶液(5.8.1.4)2.0 mL,再加水稀释至20 mL,目视比较二管色度,试样色度不深于标准色度为合格。

6 检验规则

6.1 本标准中产品质量指标合格判断,采用GB/T 1250—1989中的“修约值比较法”。

6.2 产品应由生产企业的质量监督检验部门进行检验,生产企业应保证所有出厂产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品应附有质量证明书,其内容包括:生产企业名称、厂址、产品名称、生产日期或批号、产品等级、产品各项指标含量、执行标准号等。

6.3 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品进行检验,检验其是否符合本标准的要求。当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,应按《产品质量仲裁检验和质量鉴定管理办法》的有关规定执行。

6.4 对由硫铁矿、硫磺为原料生产的工业硫酸,产品检验分为出厂检验和型式检验两类,出厂检验项目为表1中的“硫酸含量或游离三氧化硫含量、灰分、铁含量、透明度、色度”项目,型式检验项目为表1中的全部项目。在正常情况下,每个月应进行一次型式检验。

对由冶炼烟气为原料生产的工业硫酸,表1中的全部项目为出厂检验项目。

6.5 产品按批检验,以每一贮罐为一批。产品按GB/T 6680—1986中2.2的规定进行采样。每批采取总样品量不得少于500 mL,混匀后将样品装于清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中,瓶上贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、批号、类别、等级、取样日期和取样人姓名等。

6.6 如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自贮罐中取两倍量样品进行检验,重新检验结果中,即使有一项指标不符合本标准的要求,则该批产品判为不合格品。

7 包装、标志、运输和贮存

7.1 硫酸应装于专用的槽车(船)内运输,槽车(船)应定期清理。

7.2 硫酸也可装入其他耐酸包装容器(如塑料桶)内运输,其容器大小视需要而确定,容器须用耐酸材料的盖密封。

7.3 每批出厂硫酸的包装容器上应有清晰的符合GB 190—1990中规定的“腐蚀品”标志。

8 安全要求

8.1 硫酸是一种强酸,具腐蚀性、灼伤性,操作时必须穿戴防护眼镜、手套和防护服,工作现场应备有应急水源。

8.2 严格遵守国家有关消防、危险品的安全条例。

8.3 硫酸应避免与有机物、金属粉末等接触。当用槽车(船)运输时,禁止在容器附近抽烟或动用明火。

附 录 A

(规范性附录)

发烟硫酸中游离三氧化硫含量换算表

发烟硫酸中游离三氧化硫含量换算表见表 A1。

表 A1

% (质量分数)

H ₂ SO ₄	总 SO ₃	游离 SO ₃	H ₂ SO ₄	总 SO ₃	游离 SO ₃
104.00	84.87	17.78	105.05	85.75	22.45
104.05	84.92	18.00	105.10	85.80	22.67
104.10	84.96	18.23	105.15	85.83	22.89
104.15	85.02	18.44	105.20	85.88	23.11
104.20	85.06	18.66	105.25	85.92	23.33
104.25	85.09	18.89	105.30	85.96	23.56
104.30	85.13	19.11	105.35	86.00	23.78
104.35	85.18	19.33	105.40	86.04	24.00
104.40	85.22	19.55	105.45	86.08	24.22
104.45	85.26	19.78	105.50	86.12	24.44
104.50	83.50	20.00	105.55	86.16	24.67
104.55	85.34	20.22	105.60	86.20	24.89
104.60	85.38	20.44	105.65	86.24	25.11
104.65	85.43	20.66	105.70	86.28	25.33
104.70	85.47	20.88	105.75	86.32	25.56
104.75	85.51	21.11	105.80	86.36	25.77
104.80	85.55	21.33	105.85	86.40	26.00
104.85	85.59	21.55	105.90	86.44	26.22
104.90	85.63	21.77	105.95	86.48	26.44
104.95	85.67	22.00	106.00	86.52	26.67
105.00	85.71	22.23			

附 录 B
(资料性附录)
双硫脲试剂的提纯

溶解 1 g 双硫脲于 75 mL 三氯甲烷中,过滤此溶液,滤液收集于 250 mL 分液漏斗中,加 100 mL 氨水溶液(1+75),强烈振荡,静置分层,排除有机相,收集水相于另一分液漏斗中。重复这一操作三次,每次使用 100 mL 氨水溶液。于是双硫脲进入碱性水相中呈橙色,而氧化产物留在有机相中不同程度地呈现深红黄色。

弃去有机相,合并橙色萃取水相,过滤并移入 1 000 mL 烧杯中,用二氧化硫饱和溶液稍加酸化,使双硫脲沉淀,用烧结玻璃坩埚过滤,以水洗涤沉淀至无酸性反应。将沉淀放入盛有浓硫酸的真空干燥器中,真空避光干燥 3~4 天。迅速研磨经干燥的双硫脲,立即置于棕色小瓶中。经过这样提纯且避光贮藏的双硫脲可以保存至少 6 个月。
