工 业 用 合 成 盐 酸

1 范围

本标准规定了工业用合成盐酸的要求、采样、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存、安全。

本标准适用于由氯气和氢气合成的氯化氢气体，用水吸收制得的工业用合成盐酸。

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/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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则(GB/T 6678—1986,neq ASTM E 300:1983)

GB/T 6680 液体化工产品采样通则(GB/T 6680—1986,neq BS 5309:1976)

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

3 要求

3.1 外观：工业用合成盐酸为无色或浅黄色透明液体。

3.2 工业用合成盐酸应符合表1给出的指标要求。

总酸度(以 HCl 计)的质量分数 ≥	31.0		
灼烧残渣的质量分数 ≤	0.05	0.10	0.15
游离氯(以 Cl 计)的质量分数 ≤	0.004	0.008	0.01
砷的质量分数 ≤	0.000 1		
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)的质量分数 ≤	0.005	0.03	—
注：砷指标强制。			

4 采样

4.1 产品按批检验。生产企业以每一成品槽或每一生产周期生产的工业用合成盐酸为一批。用户以每次收到的同一批次的工业用合成盐酸为一批。

4.2 工业用合成盐酸从槽车或贮槽中采样时，宜用 GB/T 6680 中规定的适宜的耐酸采样器自上、中、下三处采取等量的有代表性样品。

生产企业可将槽车或贮槽内的工业用合成盐酸混匀后于采样口采取有代表性样品，进行检测。

[redacted]

4.4 将采取的样品混匀，装于清洁、干燥的塑料瓶或具磨口塞的玻璃瓶中，密封。样品量不少于 500 mL。样品瓶上应贴上标签并注明：生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、采样日期及采样人等。

5 试验方法

[redacted]

目视观察。

5.2 总酸度的测定 滴定法

5.2.1 原理

试料溶液以溴甲酚绿为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。反应式如下：

$$H^+ + OH^- \longrightarrow H_2O$$

5.2.2 试剂

5.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液：$c(NaOH)=1$ mol/L。

5.2.2.2 溴甲酚绿指示液：1 g/L。

5.2.3 仪器

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.2.3.1 锥形瓶，100 mL(具磨口塞)。

5.2.3.2 滴定管，50 mL，有 0.1 mL 分度值。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 试料

量取约 3 mL 实验室样品，置于内装约 15 mL 水并已称量(精确到 0.000 1 g)的锥形瓶(5.2.3.1)中，混匀并称量(精确到 0.000 1 g)。

5.2.4.2 测定

向试料(5.2.4.1)中加(2～3)滴溴甲酚绿指示液(5.2.2.2)，用氢氧化钠标准滴定溶液(5.2.2.1)滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。

5.2.5 结果计算

总酸度以氯化氢(HCl)的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m_0} \times 100 = \frac{VcM}{10m_0} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

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浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m_0——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M——氯化氢的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=36.461)。

5.2.6 允许差

平行测定结果之差的绝对值不大于0.2%。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

5.3 铁含量的测定 1,10-菲啰啉分光光度法

5.3.1 原理

用盐酸羟胺将试料中Fe^{3+}还原成Fe^{2+}，在pH为4.5缓冲溶液体系中，Fe^{2+}与1,10-菲啰啉反应生成橙红色络合物，用分光光度计测定吸光度。反应式如下：

$$4Fe^{3+} + 2NH_2OH \longrightarrow 4Fe^{2+} + N_2O + 4H^+ + H_2O$$

[redacted]

5.3.2.2 氨水溶液：1+1。

5.3.2.3 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

[redacted]

5.3.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH值为4.5。

5.3.2.5 铁标准溶液：0.1 g/L。

5.3.2.6 铁标准溶液：0.01 g/L。

准确量取铁标准溶液(5.3.2.5)，用水稀释10倍。该溶液使用前配制。

5.3.2.7 1,10-菲啰啉溶液：2 g/L。

该溶液应避光保存，仅使用无色溶液。

5.3.3 仪器

[redacted]

表2

铁标准溶液(5.3.2.6)体积 / mL	对应的铁质量 /μg
0	0
2.0	20
4.0	40
6.0	60
8.0	80
10.0	100

5.3.4.1.2 向每个容量瓶中加入10 mL盐酸溶液(5.3.2.1)，加水至约20 mL，用氨水(5.3.2.2)调至溶液pH值为2～3，然后加入1 mL盐酸羟胺溶液(5.3.2.3)、5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(5.3.2.4)和2 mL 1,10-菲啰啉溶液(5.3.2.7)，用水稀释至刻度，摇匀。静置15 min。

5.3.4.1.3 用适宜的比色皿，在波长510 nm处，用空白溶液调整分光光度计零点，测定溶液吸光度。

5.3.4.1.4 以铁含量(μg)为横坐标，与其对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

5.3.4.2 试样溶液制备

[redacted]

稀释至刻度，摇匀。

5.3.4.3 试料

量取 10.00 mL 试样溶液(5.3.4.2)置于 50 mL 容量瓶中。

5.3.4.4 空白试验

不加试料，加 10 mL 盐酸溶液(5.3.2.1)，采用与测定试料完全相同的分析步骤、试剂和用量进行空白试验。

5.3.4.5 测定

5.3.4.5.1 向试料(5.3.4.3)中加水至约 20 mL，用氨水(5.3.2.2)调至溶液 pH 为 2～3，然后加 1 mL 盐酸羟胺溶液(5.3.2.3)、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(5.3.2.4)和 2 mL 1,10-菲啰啉溶液(5.3.2.7)，

[redacted]

m_1——试样质量的数值，单位为克(g)；

m_2——由标准曲线上查得的试料中铁质量的数值，单位为微克(μg)。

5.3.6 允许差

平行测定结果之差的绝对值不大于 0.000 5%。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

[redacted]

5.4.2 试剂

硫酸。

5.4.3 仪器

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.4.3.1 瓷坩埚，100 mL。

5.4.3.2 高温炉，可控温度(800±50)℃。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 试料

将瓷坩埚(5.4.3.1)在(800±50)℃下灼烧 15 min，冷却，置于干燥器内冷却至室温，称量(精确到 0.000 1g)。用此瓷坩埚称取约 50g 实验室样品(精确到 0.01 g)。

5.4.4.2 测定

[redacted]

灼烧残渣以残渣的质量分数 w_3 计，数值以%表示，按式(3)计算：

$$w_3 = \frac{m_4}{m_3} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

m_3——试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_4——灼烧残渣的质量的数值，单位为克(g)。

5.4.6 允许差

平行测定结果的绝对值之差不大于0.005%。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

5.5 游离氯含量的测定 滴定法

5.5.1 原理

试料溶液加入碘化钾溶液，析出碘，以淀粉为指示液，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定游离出来的

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \longrightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^-$$

5.5.2 试剂

5.5.2.1 碘化钾溶液：150 g/L。

称取15.0 g碘化钾，溶于水，用水稀释至100 mL。

5.5.2.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液：$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L。

5.5.2.3 淀粉指示液：10 g/L。

本溶液只能保留两周。

5.5.3 仪器

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.5.3.1 锥形瓶，500 mL(具磨口塞)。

5.5.3.2 微量滴定管。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试料

量取实验室样品约50 mL，置于内装约100 mL水并已称量(精确到0.01 g)的锥形瓶(5.5.3.1)中，冷却至室温，称量(精确到0.01 g)。

5.5.4.2 测定

向试料(5.5.4.1)中加10 mL碘化钾溶液(5.5.2.1)，塞紧瓶塞摇动，在暗处静置2 min。加1 mL淀粉指示液(5.5.2.3)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.5.2.2)滴定至溶液蓝色消失为终点。

5.5.5 结果计算

游离氯以氯(Cl)的质量分数 w_4 计，数值以%表示，按式(4)计算。

$$w_4 = \frac{V/1\,000cM}{m_5} \times 100 = \frac{VcM}{10m_5} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

V——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m_5——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=35.453)

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

5.6 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(仲裁法)

5.6.1 原理

在酸性介质中，用碘化钾与氯化亚锡将 As^{5+} 还原为 As^{3+}，加锌粒与酸作用，产生新生态氢，使 As^{3+} 进一步还原为砷化氢，被二乙基二硫代氨基甲酸银[Ag(DDTC)]吡啶溶液吸收，生成紫红色胶体

$$AsH_3 + 6Ag(DDTC) = 6Ag\downarrow + 3H(DDTC) + As(DDTC)_3$$

5.6.2 **试剂和材料**

所用试剂均不含砷。

5.6.2.1 盐酸。

5.6.2.2 三氧化二砷。

危险——三氧化二砷为剧毒品。

5.6.2.3 锌粒:粒径(0.5～1) mm。

5.6.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

称取 15.0g 碘化钾,溶于水,用水稀释至 100 mL。

5.6.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

称取 40.0 g 二水氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$),溶于 25 mL 水和 75 mL 盐酸(5.6.2.1)混合溶液中。

5.6.2.6 砷标准溶液:0.1 g/L。

5.6.2.7 砷标准溶液:2.5 m g/L。

准确量取砷标准溶液(5.6.2.6),用水稀释 40 倍。该溶液使用前配制。

5.6.2.8 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液:5 g/L。

称取 1.0 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,溶于吡啶中,用吡啶稀释至 200 mL。该溶液保存在密闭棕色玻璃瓶中。有效期两周。

5.6.2.9 乙酸铅棉花。

5.6.3 **仪器**

所有玻璃仪器应谨慎地用热的浓硫酸洗涤,再用水冲洗、干燥。

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.6.3.1 定砷器(见图 1)。

单位为毫米

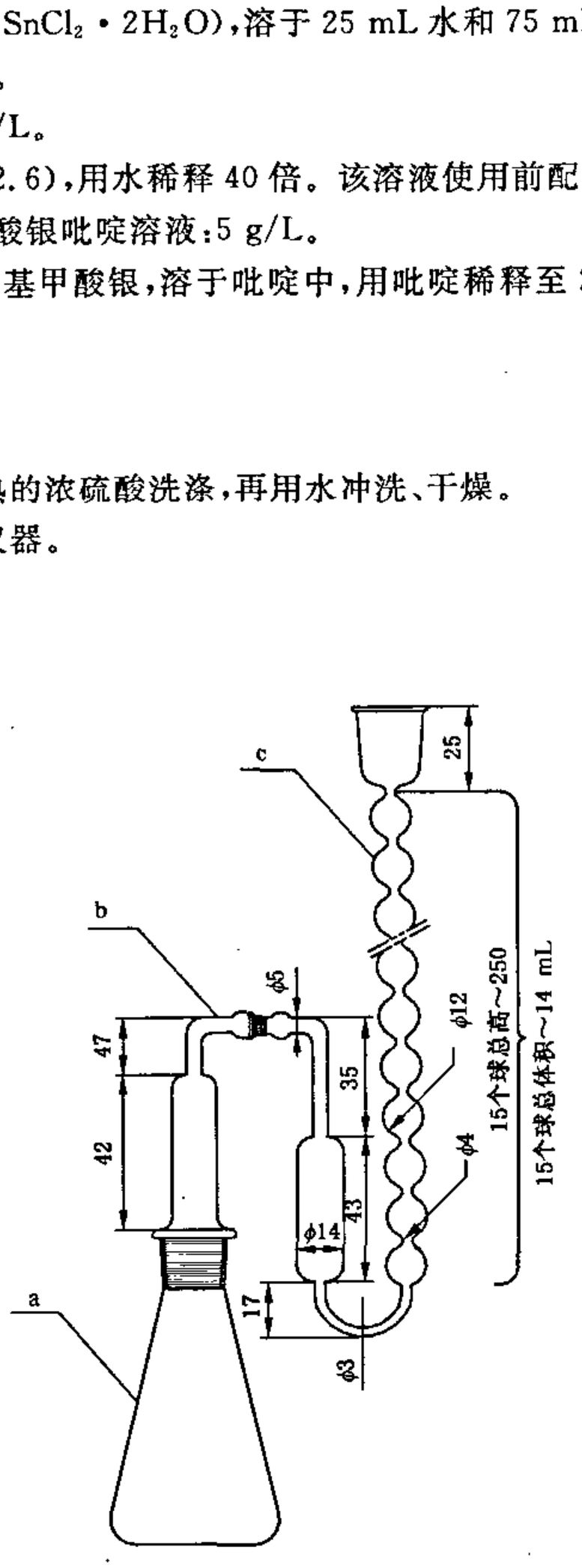


图 1 定砷器

5.6.3.2 分光光度计。

5.6.4 分析步骤

警告:试验应在通风橱内进行。

5.6.4.1 标准曲线绘制

每更换一批锌粒或新配制一次二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液,应重新绘制标准曲线。

5.6.4.1.1 按表3量取砷标准溶液(5.6.2.7),分别置于6个100 mL锥形瓶(图1中a)中。

表3

砷标准溶液(5.6.2.7)/ mL	对应砷质量/μg
0.0	0
1.0	2.5
2.0	5
4.0	10
6.0	15
8.0	20

5.6.4.1.2 向每个锥形瓶中加入10 mL盐酸(5.6.2.1),加水至约40 mL。

5.6.4.1.3 量取5 mL二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液(5.6.2.8)置于吸收管(图1中c)中,并将吸收管(5.6.3.1c)与事先放入乙酸铅棉花(5.6.2.9)的连接管(图1中b)连接好。

5.6.4.1.4 向每个锥形瓶中依次加入3 mL碘化钾溶液(5.6.2.4)和2 mL氯化亚锡盐酸溶液(5.6.2.5),混匀后,静置15 min。再加5 g锌粒(5.6.2.3),按图(见图1)迅速连接好仪器,反应45 min。

5.6.4.1.5 用适宜的比色皿,在波长540 nm处,以空白溶液调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

5.6.4.1.6 以砷含量(μg)为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

5.6.4.2 试料

量取10 mL实验室样品,称量(精确到0.01 g,如果样品中砷含量太低,可加大取样量,再加热蒸发至约10 mL),移至100 mL锥形瓶(5.6.3.1a)中,加水至约40 mL。

5.6.4.3 空白试验

不加试料,加10 mL盐酸(5.6.2.1),加水至约40 mL,采用与测定试料完全相同的分析步骤、试剂和用量进行空白试验。

5.6.4.4 测定

按5.6.4.1.3~5.6.4.1.5规定进行。

5.6.5 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_7 \times 10^{-6}}{m_6} \times 100 = \frac{m_7}{m_6} \times 10^{-4} \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中:

m_6——试料的质量的数值,单位为克(g);

m_7——由标准曲线上查得的试料中砷的质量的数值,单位为微克(μg)。

5.6.6 允许差

平行测定结果之差的绝对值不大于0.000 05%。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

5.7 砷含量的测定 砷斑法

5.7.1 原理

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 As^{5+} 还原为 As^{3+},加锌粒与酸作用,产生新生态氢,

As^{3+}进一步还原为砷化氢，砷化氢气体与溴化汞试纸作用时，产生棕黄色的汞砷化物，与标准色斑比较。

5.7.2 试剂和材料

所用试剂均不含砷。

5.7.2.1 盐酸。

5.7.2.2 锌粒：粒径(0.5～1) mm。

5.7.2.3 碘化钾溶液：150 g/L。

称取 15.0 碘化钾，溶于水，用水稀释至 100 mL。

[redacted]

准确量取砷标准溶液(5.7.2.5)，用水稀释 100 倍。该溶液使用前配制。

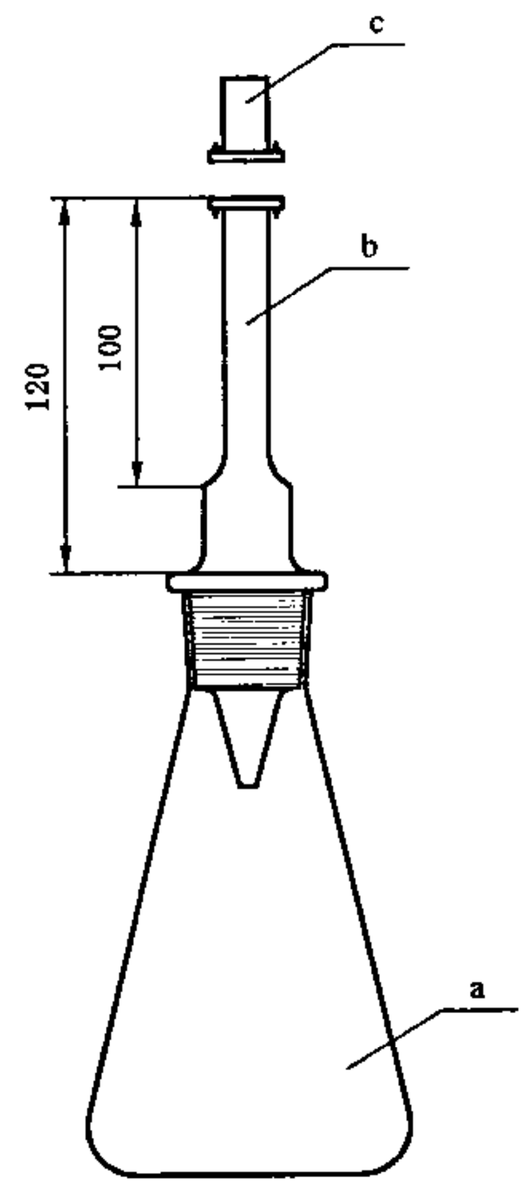
5.7.2.7 乙酸铅棉花。

5.7.2.8 溴化汞试纸。

5.7.3 仪器

一般的实验室仪器和定砷器(见图 2)。

单位为毫米



a——100 mL 锥形瓶；

b——吸收管；

c——吸收管帽。

图 2 定砷器

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 试料

称取约 2 g 实验室样品(精确到 0.01 g)，移至 100 mL 锥形瓶中。

5.7.4.2 测定

向试料(5.7.4.1)中加 23 mL 水、4 mL 盐酸(5.7.2.1)、5 mL 碘化钾溶液(5.7.2.3)和 5 mL 氯化亚锡溶液(5.7.2.4)。室温下静置 10 min。再加 2 g 锌粒(5.7.2.2),立即按图(见图 2)将已装好乙酸铅棉花(5.7.2.7)和溴化汞试纸(5.7.2.8)的检定管连接好,于室温下在暗处放置(1～2)h。

溴化汞试纸所呈颜色浅于或等于标准色斑为合格,深于标准色斑为不合格。

5.7.4.3 标准色斑制备

每次测定应同时制备标准色斑。

加 2 g 盐酸(5.7.2.1)(精确到 0.01 g)和 2.0 mL 砷标准溶液(5.7.2.6)于 100 mL 锥形瓶中,以下按 5.7.4.2 规定进行。

5.8 硫酸盐含量的测定 比浊法

5.8.1 原理

将试料蒸发至干,用盐酸溶液溶解残渣,用甘油-乙醇混合液做稳定剂,加入氯化钡制得悬浮液,用分光光度计测定悬浮液吸光度。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 二水氯化钡。

5.8.2.2 甘油-乙醇混合液:1+2。

5.8.2.3 盐酸溶液:1 mol/L。

5.8.2.4 硫酸盐标准溶液:0.1 g/L。

5.8.3 仪器

一般的实验室仪器和分光光度计。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 标准曲线绘制

5.8.4.1.1 按表 4 量取硫酸盐标准溶液(5.8.2.4)分别置于 7 个 50 mL 的容量瓶中。

2.5	0.25
[redacted]	[redacted]
10.0	1.00
15.0	1.50
20.0	2.00

5.8.4.1.2 向每个容量瓶中分别加入 3 mL 盐酸溶液(5.8.2.3)和 5 mL 甘油-乙醇混合液(5.8.2.2),用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.4.1.3 将容量瓶中的溶液小心移入盛有 0.3 g 二水氯化钡(5.8.2.1)的干燥烧杯中,以每秒两转的速度摇动 2 min。在室温下,静置 10 min。

5.8.4.1.4 用适宜的比色皿,在波长 450 nm 处,用空白溶液调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

5.8.4.1.5 以硫酸盐含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

5.8.4.2 试料

称取约 20 g 实验室样品(精确到 0.01 g),置于蒸发皿中,在沸水浴上蒸发至干,冷却至室温,加入 3 mL盐酸溶液(5.8.2.3)溶解残留物,全部移入 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 甘油-乙醇混合液(5.8.2.2),

用水稀释至刻度，摇匀。

5.8.4.3 空白试验

不加试料，采用与测定试料完全相同的分析步骤、试剂和用量进行空白试验。

5.8.4.4 测定

5.8.4.4.1 将试料(5.8.4.2)小心移入盛有 0.3 g 二水氯化钡(5.8.2.1)的干燥烧杯中，以每秒两转的速度摇动 2 min。在室温下，静置 10 min。

5.8.4.4.2 用适宜的比色皿，在波长 450 nm 处，用空白溶液调整分光光度计零点，测定溶液吸光度。

5.8.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸盐(SO_4^{2-})的质量分数 w_6 计，数值以%表示，按式(6)计算：

$$w_6 = \frac{m_9 \times 10^{-3}}{m_8} \times 100 = \frac{m_9}{10m_8} \qquad \cdots\cdots(6)$$

式中：

m_8——试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_9——由标准曲线上查得的试料中硫酸盐的质量的数值，单位为毫克(mg)。

5.8.6 允许差

平行测定结果之差的绝对值不大于 0.001%。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

6 检验规则

6.1 本标准中工业用合成盐酸质量指标合格判断，采用 GB/T 1250 中“修约值比较法”。

6.2 本标准规定的检验项目全部为型式检验项目，其中总酸度、铁为出厂检验项目，其余为型式检验项目中的抽检项目。如有下述情况，停产后复产，生产工艺有较大改变(加材料、工艺条件等)，合同规定

6.3 出厂的工业用合成盐酸应由生产企业的质量监督检验部门进行检验，并附有质量证明书，内容包括

6.4 用户有权按本标准规定对收到的工业用合成盐酸进行检验，验证其质量是否符合本标准要求。

6.5 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求，应重新加倍在包装单元中采取有代表性的样品进行

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

出厂的工业用合成盐酸外包装上应有明显牢固的标志，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、商标、执行标准号、生产许可证编号及 GB 190 中规定的“腐蚀品”标志。塑料桶或陶瓷坛包装的工业用合成盐酸外包装上除上述规定外还应有：批号或生产日期、净质量及 GB/T 191 中规定的“向上”标志。

7.2 包装

工业用合成盐酸用塑料桶或陶瓷坛包装时，其注料口应盖好。陶瓷坛密封，装入木箱中，箱口应高于注料口至少 20 mm。

工业用合成盐酸用专用槽车或贮槽包装应加密封盖。

7.3 运输

工业用合成盐酸运输时，应防止碰撞而泄漏。不应与碱性物品混运。

7.4 贮存

工业用合成盐酸不应与碱性物品混贮。

8 安全

工业用合成盐酸产品具有强腐蚀性，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，接触人员应佩戴防护眼镜、耐酸手套等防护用品。