

大庆石化公司腈纶装置使用的硫氰酸钠  
招标采购技术要求

编制：孙松义

审核：

审批：

年 月 日

# 大庆石化公司腈纶装置使用的硫氰酸钠

## 招标采购技术要求

本项目约定中国石油天然气股份有限公司大庆石化分公司为买方，投标方为卖方。

### 技术要求

#### 1、项目介绍：

硫氰酸钠产品作为腈纶装置的溶剂，贯穿于三个主体装置（聚合装置、纺丝装置、回收装置）的整个生产过程。加入点为回收装置的溶料地坑。

#### 2、三剂规格要求：

##### 2.1 三剂规格及标准要求

硫氰酸钠协议指标

项 目	质量指标	检验方法
纯度， %（质量分数）	≥98.00	GB/T 23852-2009
色度（55%溶液），（Pt-Co）号	≤20#	GB/T 9282.1-2008
铁（55%溶液）， mg/kg	≤2.5	DQSH03·20·08·421-2013
pH 值（55%溶液）	6.00-9.00	GB/T23769-2009
碘耗， %（质量分数）	≤0.24	DQSH03·20·08·482-2013
铵（以 NH <sub>3</sub> 计）， mg/kg	≤40.00	DQSH03·20·08·425-2013
NaCl， mg/kg	≤120.00	DQSH03·20·08·422-2013
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ， %（质量分数）	≤0.078	DQSH03·20·08·423-2013
氰化钠， %（质量分数）	≤0.06	DQSH03·20·08·424-2013
NVI（55%溶液）%（质量分数）	≤1.50	DQSH03·20·08·481-2013
甲酸钠（55%溶液）， %（质量分数）	≤1.00	DQSH03·20·08·437-2013

2.2 产品保质期要求：外包装不破坏、不曝晒、不雨淋、不潮湿的条件下，保质期2年以上。

2.3 本技术要求提出的指标要求如与厂商所执行的标准发生矛盾时，按较高标准执行。

### 3、资料交付

卖方负责按照如下约定提供技术文件：

序号	资料名称	交付时间	数量及版式	备注
1	生产企业简介	投标书	2份，纸版	
2	产品说明书	投标书	2份，纸版	
3	安全技术使用说明书	投标书	2份，纸版	
4	企业标准	投标书	2份/，纸版	
5	产品检验单/产品合格证	随产品	2份/批，纸版	

如卖方不能提供按要求以上资料，买方有权拒绝收货，并不支付卖方合同款。

### 4、包装运输要求

卖方所供货物的包装、运输要满足以下约定：

4.1 产品外包装要符合相关国家标准、行业标准的规定，应能防雨、防潮，保证产品在运输、储存过程中不会破损、产品不被污染，产品标识不被破坏。

4.2 产品外包装标识清晰，标识内容至少包括产品名称、商标、制造商厂址、制造商名称、生产日期及批号、净含量。

4.3 危险化学品包装要符合《GB 12463-2009 危险货物运输包装通用技术条件》。

4.4 危险化学品包装标识要符合 GB-190 规定。

4.5 如果卖方供货产品不能满足本节 4.1、4.2、4.3、4.4 约定，买方有权退货，并不支付卖方合同款。

### 5、检验和试验

5.1 卖方供货的产品生产厂要有完善的产品检验机构，可对出厂产品按批次进行检验，保证出厂产品质量，并实现可追溯。

5.2 买方有权赴卖方进行产品出厂检验见证，买方的见证不能免除卖方的责任。卖方要为买方赴卖方生产现场的工作人员提供方便，提供相应质量证明文件和记

录。

5.3 产品运抵买方后，买方质检中心负责入厂质量检验，检验项目包括第三章第 2 条技术要求约定的项目和卖方执行标准中未包含在第三章第 2 条内的项目，入厂检验达不到上述要求时（相同检测项目以高标准为依据），买方有权拒收，费用卖方自理。

5.4 如果卖方对买方检测结果持有异议，可委托第三方检测机构进行检测，该检测机构的选择要经过甲乙双方共同确认，按照第三方检测结果执行。检测发生的费用由责任方负责。

## **6、违约责任**

6.1 试用过程顺利，经标定后，买方出具总结报告，卖方据此报告结算货款。

6.2 如果由于卖方原因，产品投用后生产出现波动，造成试用过程生产过程不稳，产品参数、质量指标达不到约定要求，买方有权终止试用，对使用的货物不予结算，卖方剩余原料自行运走，所有费用卖方承担。

## **7、技术服务**

7.1 买方负责于投加卖方产品前 1 天通知卖方到达现场参加首次投加操作，如果投加卖方产品后，买方生产发生波动，买方有权暂停使用卖方产品，与卖方共同查明原因，如果是卖方产品原因造成买方生产波动，买方有权停止使用卖方产品，并退货。

7.2 买方使用卖方产品期间出现问题，卖方技术人员保证在接到买方通知 2 小时内通过电话或邮件提供技术支持。如买方有需要，卖方将根据买方要求，于 48 小时赶到买方现场提供技术服务。

7.3 买方为卖方赴买方现场的技术服务人员提供必要的工作方便，卖方赴买方现场的技术服务人员要接收买方的入厂安全教育，遵守买方的 HSE 管理规定。如果卖方人员违背买方 HSE 规定，造成事故或人身伤害，责任由卖方负责，造成的损失，由卖方负责赔偿。

## **8、保密**

在合同履行期间，卖方所获得的一切原始资料及在服务过程中所取得的与履行合同有关的买方既有工作成果及相关资料属买方所有，卖方负有保密义务。未经买方书面同意，卖方不得在合同期内或合同履行完毕后以任何方式泄露。保密信息包括但不限于图纸、图表、数据等。如果由于卖方原因，造成泄密给买方带

来损失，买方有权通过法律途径向卖方追偿。

## 9、知识产权

因执行本合同的需要，卖方提供的产品、技术资料，应保障买方在使用时不存在权利上的瑕疵，不会发生侵犯第三方知识产权等情况。若发生侵害第三方权利的情况，卖方负责与第三方交涉，并承担由此产生的全部法律和经济责任。因侵权给买方造成损失的应给予赔偿。

## 10、技术联系人及联系方式

10.1 卖方要提供技术服务联系人，联系电话、手机及邮箱等。

10.2 买方联系人孙松义，联系电话 0459-6761639，18945924918

10、附件

DQSH03 20 08 421-2013

## 硫氰酸钠中铁含量的测定

---

### 1 主题内容与适用范围

本规程规定了硫氰酸钠中铁含量的测定方法。

本规程适用于铁含量在  $0.1 \times 10^{-6} \sim 15 \times 10^{-6}$  的硫氰酸钠溶液。

### 1 原理

将已知量的样品湿法灰化,残留的铁用酸吸收,然后用盐酸羟胺将  $\text{Fe}^{3+}$  还原成  $\text{Fe}^{2+}$ ,与邻菲罗啉形成有色络合物，并与标准曲线对照，测定出铁含量。

### 2 试剂

3.1 HCL: 1+1

3.2 HNO<sub>3</sub>: 1+1

3.3 NH<sub>3</sub> H<sub>2</sub>O: 1+4

3.4 浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: 分析纯

3.5 刚果红试纸

3.6 盐酸羟胺: 100g/L

3.7 邻菲罗啉: 5g/L

3.8 HAC-NH<sub>4</sub>AC 缓冲溶液: PH=5

3.9 标准铁溶液: 0.01mg/mL

3.10 去离子水: 符合实验室用水规格

### 3 仪器

4.1 烧杯: 50mL

4.2 量筒: 20mL 50mL

4.3 电子天平

4.4 移液管: 5mL

4.5 容量瓶: 100mL

4.6 分光光度计：721 型

## 5 分析步骤

5.1 在烧杯(4.1)中加入 50mLHNO<sub>3</sub>(3.2),在电热板上加热到 70℃。

5.2 取 5mL 样品(固体样品配制成 55 % 溶液)缓慢加入到烧杯(4.1)中,热酸使其分解,用 20 mL 去离子水冲洗杯壁,用表面皿盖住烧杯,在电热板上加热干涸。

5.3 加入盐酸(3.1) 20mL,10 滴浓硫酸(3.4),再次蒸干冷却,用 15mL 去离子水冲洗,反复三次,再次蒸干。

5.4 冷却到室温后,加入 5mL 盐酸羟胺(3.6),加入一块刚果红试纸(3.5),用 NH<sub>3</sub> H<sub>2</sub>O(3.3)使试纸变红,加入 5 mL 缓冲溶液(3.8),5mL 邻菲罗啉(3.7),将溶液移入 100mL 容量瓶内,用去离子水冲洗烧杯,并用去离子水稀释至刻度。

5.5 静止 20 分钟后,在 510nm 波长下,测定吸光度,同时做空白试验。

## 6 分析结果计算

硫氰酸钠中铁含量(质量分数)W,以mg/kg表示,按下式计算:

$$W = \frac{A - a}{K \cdot \rho \cdot V}$$

式中:

A-吸光度;

K-工作曲线的斜率;

a-工作曲线的截距;

V-样品体积, mL;

ρ-样品密度, g/cm<sup>3</sup>。

所得结果计算到小数点后两位,按 GB8170 修约到小数点后一位。

## 7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于其平均值的 10%,取其算数平均值作为测定结果。

DQSH03 20 08 422-2013

# 硫氰酸钠中氯化物含量的测定

## 1 主题内容与适用范围

本规程规定了硫氰酸钠中氯化物含量的测定方法。

本规程适用于硫氰酸钠水溶液,例如再生的溶剂、凝固剂、浸液等。

## 2 原理

用过氧化氢使硫氰酸钠分解,放出氢氰酸气体,然后用 AgNO<sub>3</sub> 测定氯离子。

## 3 试剂

3.1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 溶液: 25% (m/m)

3.2 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 溶液：30% (m/m)

3.3 AgNO<sub>3</sub> 标准滴定溶液：C (AgNO<sub>3</sub>) =0.1mol/L，按 DQSH03 07 45 016-2011 NO:074 制备

3.4 浓 HNO<sub>3</sub>：分析纯

3.5 标准氯：1mL=0.1mg

称取 0.1648 克于(500~600)°C 灼烧至恒重的 NaCl，溶于去离子水，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。

1.6 去离子水：符合实验室用水规格

## 4 仪器

4.1 三角瓶：100mL

4.2 比色管：50mL

4.3 吸量管：1mL 2mL 10mL

4.4 电子天平

4.5 玻璃珠

## 5 分析步骤

5.1 称取 0.2~0.3 克样品(精确至 0.0001g)置于三角瓶(4.1)中。

5.2 向三角瓶(4.1)中依次加入 20mL 去离子水,10mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(3.1), 10mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(3.2), 加数粒玻璃珠

(4.5), 加热蒸发至 20mL, 加去离子水稀释至原体积, 再蒸发至 20mL, 反复三次, 除去全部氰化

物。同时作空白。

5.3 冷却后移至比色管(4.2)中,然后往比色管(4.2)中加入 1 mL HNO<sub>3</sub> (3.4), 2 mL AgNO<sub>3</sub> 溶液(3.3), 用去离子水稀释至刻度, 溶液呈浑浊, 将此溶液与加标准氯的空白进行比较至浊度一致。

## 6 分析结果计算

硫氰酸钠中氯化钠含量 (质量分数) W, 以 mg/kg 表示, 按下式计算:

$$W = (V \times 0.1 \times 10^3) / m$$

式中:

V—消耗标准 Cl<sup>-</sup>溶液的体积, mL;

0.1—标准 Cl<sup>-</sup>溶液的浓度, mg/mL;

m—样品质量, g。

所得结果计算到小数点后三位, 按 GB8170 修约到小数点后两位。

## 7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于其平均值的 10%，取其算术平均值作为测定结果。

DQSH03 20 08 423-2013

# 硫氰酸钠中硫酸盐含量的测定

---

## 1 主题内容与适用范围

本规程规定了硫氰酸钠中硫酸盐含量的测定方法。

本规程适用于液体硫氰酸钠的测定，对于固体硫氰酸钠可以通过溶解稀释的方法测定。

## 2 原理

硫酸根离子与钡离子反应生成硫酸钡沉淀，然后过滤、烘干、称重硫酸钡沉淀。

## 3 试剂

3.1 甲基红：1g/L

3.2 盐酸溶液：C(HCL)=0.5mol/L

3.3 BaCl<sub>2</sub> 溶液：10%（m/m）

3.4 去离子水：符合实验室用水规格

## 4 仪器

4.1 烧杯：500 mL

4.2 坩埚

4.3 量筒：25 mL

4.4 真空抽滤瓶：500 mL

4.5 吸耳球

4.6 恒温干燥箱

4.7 电阻炉

## 5 分析步骤

5.1 称取 10 克固体 NaSCN（110~140 克液体 NaSCN），加入烧杯（4.1）中，加去离子水使体积为 200 mL。

5.2 向上述溶液中滴加 2 滴甲基红指示剂（3.1）和 0.5 mol/L HCL(3.2)直到指示剂变为红色，

再加 5 滴过量的指示剂。

5.3 将试样加热到 80℃左右，将 25 mL 热的 BaCl<sub>2</sub> 溶液慢慢加入到试样中搅匀，将试样冷却(15~30)分钟。

5.4 在真空抽滤瓶上抽滤，用去离子水冲洗烧杯多次，将滤出的沉淀在 105℃恒温干燥箱(4.6)内干燥 5 分钟,取出放在坩埚(4.2)内,并放入 850℃的电阻炉(4.7)中灼烧 45 分钟,冷却 30 分钟后称重。

## 6 分析结果计算

硫氰酸钠中硫酸钠含量(质量分数)W, 以%表示, 按下式计算:

$$W = \frac{m_1 \times 0.6086}{m_2} \times 100$$

式中:

m<sub>1</sub>-硫酸钡沉淀质量, g;

m<sub>2</sub>-样品质量, g;

0.6086-Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>与 BaSO<sub>4</sub>分子量之比。

所得结果计算到小数点后四位, 按 GB8170 修约到小数点后三位。

## 7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于其平均值的 10%, 取其算术平均值作为测定结果。

DQSH03 20 08 424-2013

# 硫氰酸钠中氰化物含量的测定

---

## 1 主题内容与适用范围

本规程规定了硫氰酸钠中氰化物含量的测定方法。

本规程适用于浓硫氰酸钠或稀硫氰酸钠中氰化物含量的测定, 固体硫氰酸钠溶解稀释后测定。

## 2 原理

将以氰化钠形式存在的氰化物蒸馏, 然后用硝酸银标准滴定溶液滴定。

## 3 试剂

3.1 盐酸溶液: C(HCL)=0.1mol/L

3.2 硫氰酸铵溶液:  $C(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1\text{mol/L}$

3.3  $\text{AgNO}_3$  标准滴定溶液: $C(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol/L}$ , 按 DQSH03 07-15 016-2011 NO:074 制备

3.4 硝酸溶液: 10% (m/m)

3.5 铁铵矾指示剂: 400g/L

3.6 去离子水:符合实验室用水规格

#### 4 仪器

4.1 烧杯: 400 mL

4.2 三角瓶: 250 mL

4.3 蒸馏烧瓶: 500 mL

4.4 冰浴

4.5 内热式玻璃纤维电热套

#### 5 分析步骤

5.1 用 400 mL 烧杯称取固体样品 50 克 (液体样品取 250 mL), 加去离子水 200 mL。

5.2 用 0.1mol/L HCL (3.1) 将上述溶液 PH 值调节为 6~7 之间。

5.3 将上述溶液倒入 500 mL 蒸馏烧瓶 (4.3) 内进行蒸馏。

5.4 用装有 50 mL 去离子水的 250 mL 三角瓶 (4.2) 做为接收瓶,放在冰浴(4.4)中冷却,然后蒸发出 50 mL 体积为止,将接收瓶取出擦干。

5.5 依次加入 1 滴硝酸 (3.4) ,3 滴铁铵矾指示剂(3.5),1 mL $\text{NH}_4\text{SCN}$  溶液 (3.2) ,立即用 0.1 mol/L  $\text{AgNO}_3$  标准滴定溶液(3.3)滴定,至粉红色消失出现白色为终点, 同时做一空白试验。

#### 6 分析结果计算

固体 NaSCN 中氰化物含量 (质量分数) W, 以 NaCN 计, 数值以%表示, 按下式计算:

$$W = \frac{C (V_1 - V_0) \times 0.049}{m} \times 100$$

液体 NaSCN 中氰化物含量 (质量分数) W, 以 NaCN 计, 数值以%表示, 按下式计算:

$$W = \frac{C (V_1 - V_0) \times 0.049}{V \cdot \rho} \times 100$$

式中:

C—AgNO<sub>3</sub> 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V<sub>1</sub>—样品消耗 AgNO<sub>3</sub> 标准滴定溶液的体积, mL;

V<sub>0</sub>—空白消耗 AgNO<sub>3</sub> 标准滴定溶液的体积, mL;

V—样品的体积, mL;

ρ—样品的密度, g/cm<sup>3</sup>

m—样品的质量, g;

0.049—与 1.00mL AgNO<sub>3</sub> 标准滴定溶液 [C(AgNO<sub>3</sub>)=1.000mol/L] 相当的,以克表示的 NaCN 的质量。

所得结果计算到小数点后三位,按 GB8170 修约到小数点后两位。

## 7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于其平均值的 10%, 取其算术平均值作为测定结果。

**DQSH03 20 08 481-2013**

# 硫氰酸钠溶液中不挥发性杂质 (NVI) 含量的测定

## 1 范围

本规程规定了硫氰酸钠溶液中不挥发性杂质含量的测定。

本规程只适用于硫氰酸钠溶液中不挥发性杂质的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于文本的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

不挥发性杂质: involatile substance

## 4 采样

按GB/T 3723的规定采取样品。

## 5 原理

硫氰酸钠溶液中除去挥发性物质，剩余部分即为已知的硫氰酸钠和待测的不挥发性物质。

## 6 仪器

6.1 电热鼓风干燥箱

6.2 电子天平：分度值为 0.0001g

6.3 干燥器

6.4 称量瓶

## 7 分析步骤

7.1 用电子天平称量称量瓶的质量为  $m_1$ ，滴加适量的试样(NVI 含量不大于 5%时，称样 0.25 g -0.45g)，再次用电子天平称其质量为  $m_2$ ，称准至 0.0001g。

7.2 打开鼓风干燥箱调恒温 140℃，将称量瓶放入干燥箱中烘 4 小时±10 分钟。

7.3 取出称量瓶，放入干燥器中，冷却至室温，称其质量为  $m_3$ ，称准至 0.0001g。

## 8 分析结果计算

硫氰酸钠溶液中不挥发性杂质 NVI（质量分数），以%表示，并按下式计算：

$$NVI = [(m_3 - m_1) \times 100 / (m_2 - m_1)] - C$$

式中：

$m_1$ —称量瓶质量，g；

$m_2$ —称量瓶及试样的总质量，g；

$m_3$ —不挥发物、结晶的硫氰酸钠及称量瓶的总质量，g；

C—容量法测得的硫氰酸钠含量，%。

## 9 结果的表述

所得结果计算到小数点后二位，按 GB/T 8170 修约。取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。

## 10 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差不大于 0.10%。

# 硫氰酸钠溶液碘耗量的测定

## 1 范围

本规程规定了硫氰酸钠溶液碘耗量的测定方法。

含有碘的反应必须在没有氧的情况下进行。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于文本的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

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和判定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

### 3.1 过量: Excess

以过多、过剩、多余为特征或超量过量的供应。

### 3.2 标准滴定溶液: standard volumetric solutions

是指已知准确浓度的用于滴定分析的溶液。

### 3.3 指示剂: indicator

在滴定分析中，为判断试样的化学反应程度时，本身能改变颜色或其他性质的试剂。

## 4 采样

按GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680的规定采取样品。

## 5 原理

在酸性的硫氰酸钠中加入过量的碘化钾，用碘标准滴定溶液进行滴定来测定碘耗量，也就是利用碘的氧化作用直接测定还原性物质。

## 6 试剂与材料

6.1 去离子水: 该去离子水符合实验室用水规格

6.2 碘化钾: 分析纯

6.3 碘标准滴定溶液:  $C(1/2I_2)=0.1\text{mol/L}$ , 按 GB/T 601—2002 制备。

6.4 盐酸溶液: 1+1

6.5 淀粉指示剂：10g/L

## 7 仪器与设备

7.1 电子天平：分度值 0.0001g

7.2 碘量瓶：250mL

7.3 棕色酸式滴定管(分刻度为 0.1mL)：10mL

## 8 分析步骤

8.1 于 250mL 的碘量瓶中加入 50mL 的去离子水,然后于电子天平上用差减法称取 (25-30)g 的样品(固体称取 13-15g),精确至 0.0001g。

8.2 加 2.5mL 1+1HCL, 加约 1g 的碘化钾使其溶解。

8.3 加约 2mL-3mL 的淀粉指示剂,用 0.1mol/L 碘标准滴定溶液滴定至蓝色出现为终点。

## 9 计算公式

硫氰酸钠溶液碘耗量 W(质量分数),以%表示,并按下式计算:

$$W(\text{以 Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 计}) = (V_1 - V_0) \times C(1/2I_2) \times 0.158 \times 100/m$$

式中:

V<sub>1</sub>—样品消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

V<sub>0</sub>—空白消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

C(1/2I<sub>2</sub>)—碘标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m—样品质量, g;

0.158—与 1.00mL 碘标准滴定溶液 [C(1/2I<sub>2</sub>)=1.000mol/L] 相当的以克表示的硫代硫酸钠的质量。

## 10 结果的表述

分析结果保留至小数点后二位,按 GB/T 8170 进行修约。

## 11 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差不大于 0.01%,取其算术平均值作为测定结果。

## 硫氰酸钠中氨含量的测定

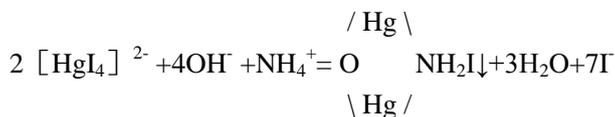
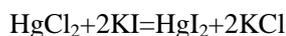
### 1 主题内容与适用范围

本规程规定了硫氰酸钠中氨含量的测定方法。

本规程适用于硫氰酸钠中氨含量的测定。

### 2 原理

奈氏试剂在铵盐溶液中生成棕色沉淀具有很强的染色力，由此可测铵离子。反应方程式如下：



### 3 试剂

- 3.1 氢氧化钠：分析纯
- 3.2  $\text{HgCl}_2$ ：分析纯
- 3.3  $\text{NaOH}$ ：10% (m/m)
- 3.4  $\text{KI}$ ：分析纯
- 3.5  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ：分析纯
- 3.6 奈氏试剂
- 3.7 标准铵：1 mL=0.1 mg.
- 3.8 去离子水：符合实验室用水规格

### 4 仪器

- 4.1 比色管：100 mL
- 4.2 冷凝管：30cm
- 4.3 蒸馏烧瓶：250 mL
- 4.4 移液管：1 mL 2mL
- 4.5 圆底烧瓶：250 mL

### 4 分析步骤

- 5.1 准确称取 0.4 克固体(液体 0.8 克)样品,加入蒸馏烧瓶(4.3)中,加入 70 mL 去离子水溶解。
- 5.2 加入 20 mL 不含铵的  $\text{NaOH}$  溶液(3.3),立即将蒸馏瓶盖紧。
- 5.3 加热蒸出 40mL,加入已盛有 40mL 去离子水的比色管(4.1)中。
- 5.4 向蒸出的溶液中加入 2mL 奈氏试剂(3.6),用去离子水稀释至刻度。
- 5.5 在另一支 100mL 比色管(4.1)中加入 2mL 奈氏试剂(3.6),用去离子水稀释至刻度,然后加入标准铵(3.7),与试样比色,当两支比色管(4.1)中的颜色相同时,记下消耗标准铵(3.7)的体积 V。

### 6 分析结果计算

硫氰酸钠中氨含量(质量分数) W, 以  $\text{NH}_3$  计, 数值以 mg/Kg 表示, 按下式计算:

$$V \times 0.1 \times 10^3$$

$$W = \frac{\quad}{m}$$

式中:

V—消耗标准铵体积,mL;

M—样品质量, g。

所得结果计算到小数点后三位,按 GB8170 修约到小数点后两位。

## 7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于其平均值的 10%,取其算术平均值作为测定结果。

DQSH03 20 08 437-2013

# 硫氰酸钠中甲酸钠含量的测定

## 1 范围

本标准适用于硫氰酸钠中甲酸钠含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 3723 工业用化工产品采样安全通则
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- 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和判定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准

标准滴定溶液: standard volumetric solutions

是指已知准确浓度的用于滴定分析的溶液。

## 4 采样

按GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6680的规定采取样品。

## 5 原理

在试样中加入碱性高锰酸钾溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

## 6 试剂与材料

- 6.1 氢氧化钠溶液: 10%
- 6.2 硫酸溶液: 10%
- 6.3 硝酸银溶液: 0.5mol/L
- 6.4 高锰酸钾溶液: 0.1mol/L
- 6.5 淀粉水溶液: 5g/L
- 6.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液: 0.1mol/L
- 6.7 碘化钾: 分析纯
- 6.8 本实验用水符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

## 7 仪器与设备

- 7.1 烧杯: 150mL
- 7.2 移液管: 1mL 2mL 10mL 25mL
- 7.3 量筒: 100mL
- 7.4 碘量瓶: 500mL
- 7.5 恒温水浴
- 7.6 酸式滴定管: 50mL

## 8 分析步骤

- 8.1 称取液体样品约 2~3 克(固体样品称取 1 克)称准至 0.2mg 于烧杯中,加入约 30mL 去离子水,加 1mL 氢氧化钠溶液,用滴定管滴加硝酸银溶液,边加边振荡,直至出现棕褐色沉淀为止。
- 8.2 用快速滤纸过滤,用水洗涤沉淀物,直至滤液不呈碱性。滤液收集于碘量瓶中,加入 2mL 氢氧化钠溶液,准确加入 25mL 高锰酸钾溶液,在 80℃的恒温水浴中加热 20 分钟,取出冷却至室温。
- 8.3 再加固体碘化钾约 2 克(不能加在瓶颈上),然后快速加入 10mL 硫酸溶液,塞紧瓶塞,水封,摇匀后置于暗处静止 5 分钟,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入 2mL 淀粉指示剂,继续滴定至兰色刚好消失为终点。
- 8.4 同时做空白试验。

## 9 计算公式

硫氰酸钠中甲酸钠含量以甲酸钠质量分数 W 计，数值以%表示，按下式计算：

$$W = \frac{C \times (V_0 - V) \times 0.06802 / 2}{m} \times 100$$

式中：

C-硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V<sub>0</sub>-空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V-试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m-样品质量，单位为克（g）；

0.06802—与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [C (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) =1.000mol/L] 相当的, 以克表示的甲酸钠的质量。

## 10 结果的表述

所得结果计算到小数点后三位，按 GB/T 8170 修约到小数点后两位。取其算术平均值作为测定结果。

## 11 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差不大于 0.02%。

---