**大庆石化公司腈纶装置使用的亚硫酸氢**

**钠（30%水溶液）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亚硫酸氢钠**

**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。

1. **技术要求**

**1、项目介绍：**

亚硫酸氢钠作为腈纶装置聚合反应过程中所用的引发剂组份之一，有五个作用：还原剂、除氧剂、颜色稳定剂、染位提供剂、链转移剂。微量杂质对聚合物反应质量影响较大，2.1条规定的检测项目，没有包含全部对聚合反应产生影响的分析因素。卖方要保证所供产品适用于买方生产工艺。

**2、三剂规格要求：**

2.1三剂规格及标准要求

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项 目 | 质量指标 | 检验方法 | 备注 |
| 纯度，%（质量分数） | 30.00±1.50 | DQSH03·20·08·408-2013 |  |
| NaCl，%（质量分数） | ≤0.012 | DQSH03·20·08·410-2013 |  |
| Na2SO4，%（质量分数） | ≤1.45 | DQSH03·20·08·411-2013 |  |
| 铁， mg/kg | ≤6.0 | DQSH03·20·08·409-2013 |  |
| pH值 | 3.20-4.50 | GB/T23769-2009 |  |

2.2产品保质期要求：由于产品不稳定，在空气中易被氧化为[硫酸盐](http://www.baidu.com/s?wd=%E7%A1%AB%E9%85%B8%E7%9B%90&hl_tag=textlink&tn=SE_hldp01350_v6v6zkg6)，产品出厂后两日内应运达买方现场，以保质质量。

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因受装置接收罐存限制，产品由罐车每日一车送达装置，专车专用，每车20吨，化验合格后卸料。

4.2罐车标识要符合相关国家标准、行业标准的规定，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。净含量以到达后入厂地衡计量为准。

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危险化学品的运输要符合国家相关规定，需办理相关《道路危险货物运输许可证》。

4.6卸车接口对接需提前到装置现场试验，保证密封要求等。

4.7如果卖方供货产品不能满足4.1、4.2、4.3、4.4、4.5、4.6条约定，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/丙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/丙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2约定的项目和卖方执行标准中未包含在第2条中的项目，买方入厂检验达不到第2条和卖方标准要求时（相同检测项目以高标准为依据），买方有权拒收。

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、技术服务**

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。

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。

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。

**7、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。

**8、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。

**9、技术联系人及联系方式**

9.1卖方要提供技术服务联系人，联系电话、手机及邮箱等。

9.2买方联系人孙松义，联系电话0459-6761639，18945924918

10、附件

焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠纯度的测定

 **1 范围**

本标准规定了焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠纯度的测定方法。

**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 工业用化学产品采样安全通则

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

3.1 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。
3.2 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 6679、GB/T 6680的规定采取样品。

**5 原理**

将样品加入过量的碘标准滴定溶液，亚硫酸氢钠被氧化，过量的碘用标准硫代硫酸钠溶液进行回滴，由消耗的硫代硫酸钠的量来确定亚硫酸氢钠的含量。

**6 试剂与材料**

6.1 碘标准滴定溶液：C（1/2I2）=0.1mol/L

6.2 Na2S2O3标准滴定溶液：C（Na2S2O3）=0.1mol/L

6.3 浓盐酸：分析纯

6.4 淀粉指示剂：5g/L

6.5 去离子水：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 电子天平：分度值为0.0001克

7.2碘量瓶：250ml

7.3茶色滴定管：50ml

7.4 移液管：50ml

**8 分析步骤**

8.1 取50mL碘标准滴定溶液,加入到碘量瓶中。

8.2 称取一定量样品[焦亚硫酸钠称取（0.20±0.01）g, 亚硫酸氢钠称取（0.60±0.03）g]，精确到0.01mg,加入碘量瓶中，摇匀，静止30秒。

8.3 加入1mL浓盐酸,用Na2S2O3标准滴定溶液滴定过量的碘,至溶液呈稻草黄色。

8.4 加2mL淀粉指示剂,继续滴定至蓝色恰好消失。

8.5 不加样品，按上述步骤作空白试验。

**9 计算公式**

焦亚硫酸钠纯度以焦亚硫酸钠质量分数W计，数值以%表示，按下式计算：

C ·（V0—V）×0.04753

 W = ×100

m

亚硫酸氢钠纯度以亚硫酸氢钠质量分数W计，数值以%表示，按下式计算：

C·（V0—V）×0.052

 W =­­­­­­­­­­­­­­­­­­ ×100

m

式中：

V0—空白试验消耗Na2S2O3标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V—样品消耗Na2S2O3标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

C—Na2S2O3标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升mol/L；

m—样品质量，单位为克（g）；

0.04753—与1.00 mL Na2S2O3标准滴定溶液[C(Na2S2O3)=1.000 mol/L]相当的,以克表示的Na2S2O5的质量；

0.052—与1.00 mL Na2S2O3标准滴定溶液[C(Na2S2O3)=1.000 mol/L]相当的,以克表示的NaHSO3的质量；

**10 结果的表述**

所得结果计算到小数点后两位。取其算术平均作为测定结果。

**11 重复性**

 焦亚硫酸钠纯度的测定在同一实验室，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绝对差不大于0.30(%), 亚硫酸氢钠纯度的测定在同一实验室，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0.20(%)。

**焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中铁含量的测定**

**1 范围**

本标准规定了焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中铁含量的测定方法。

**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 工业用化学产品采样安全通则

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

吸光度：adsorption

是指光线通过溶液或某一物质前的入射光强度与该光线通过溶液或物质后的透射光强度比值的以10为底的对数，影响它的因素有溶剂、浓度、温度等等。

**4 采样**

按GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6679、GB/T 6680的规定采取样品。

**5 原理**

用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁，在pH为2～9时二价铁离子可与1，10-菲啰啉生成橙红色络合物，在分光光度计最大吸收波长（510nm）处测定其吸光度。

**6 试剂与材料**

6.1浓盐酸：分析纯

6.2盐酸：1+1

6.3氨水：1+1

6.4硫酸：分析纯

6.5乙酸—乙酸钠缓冲溶液：在20℃时，pH=4.5

称取164g无水乙酸钠用500 mL水溶解，加240 mL冰乙酸，用水稀释至1000 mL。

6.6抗坏血酸溶液：100g/L，该溶液使用期限为一周。

6.7 1，10-菲啰啉盐酸-水合物：1g/L，该溶液应避光保存，使用无色溶液。

6.8硫酸铁铵[NH4Fe（SO4）2·12H2O]：分析纯

6.9铁标准溶液：每升含有0.200g的铁。

 称取1.727g十二水硫酸铁铵，称准至1mg，用约200mL水溶解，定量转移至1000m L容量瓶中，加20mL硫酸溶液（1+1），稀释至刻度并混匀。

1mL该标准溶液含有0.200mg的铁。

6.10 铁标准溶液：每升含有0.020g的铁。

 移取50.0mL铁标准溶液至500mL容量瓶中，稀释至刻度并混匀。1mL该标准溶液含有20μg的铁。该溶液现用现配。

6.11去离子水：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分光光度计，带有厚度为2cm的比色皿。

7.2电热板。

7.3容量瓶：100mL、1000ml。

7.4电子天平：分度值为0.0001克

7.5 烧杯：250ml

7.6 移液管:

7.7 吸量管:

**8 分析步骤**

8.1 称取一定量的样品（焦亚硫酸钠称取约1.25 g，亚硫酸氢钠称取约4g，精确到0.01mg,加入400mL烧杯中,加25mL浓盐酸，在电热板上蒸干,用去离子水溶解残渣,同时作空白试验。

8.2 处理后,将样品转移到100mL容量瓶中, 用氨水或盐酸调至pH约为2（用精密pH试纸检查）。加1mL抗坏血酸溶液，然后加20mL缓冲溶液和10mL 1，10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置不少于15分钟，于510nm波长下，测定其吸光度，同时做空白试验。

**9 计算公式**

焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中铁含量以铁质量分数W计，数值以mg/kg表示，按下式计算：

 A—a

 W =­­­­­­­­

K·m

式中:

K—工作曲线的斜率；

A—吸光度

a—工作曲线的截距；

m—样品质量，单位为克（g）。

**10 结果的表述**

所得结果NaHSO3 计算到小数点后两位，按GB/T 8170修约到小数点后一位；焦亚硫酸钠计算到小数点后一位，按GB/T 8170修约到整数。取两次平行测定结果的平均值作为测定结果。

**11 重复性**

焦亚硫酸钠中铁含量的测定在同一实验室，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1.0 mg/kg。

亚硫酸氢钠中铁含量的测定在同一实验室，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0.50mg/kg。

**焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中氯化物含量的测定**

**1 范围**

 本标准规定了焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中氯化物含量的测定方法。

**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 工业用化学产品采样安全通则

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

3.1 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。
3.2 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 6679、GB/T 6680的规定采取样品。

**5 原理**

 加入过量AgNO3沉淀CL-,以铁铵钒为指示剂,用KSCN标准溶液滴定过量的AgNO3,直到产生铁锈色终点。

**6 试剂与材料**

6.1 浓硝酸:分析纯

6.2 硝酸银标准滴定溶液:C(AgNO3)=0.01mol/L

6.3 硫氰酸钾标准滴定溶液:C(KSCN)=0.01mol/L

6.4 饱和铁铵钒指示剂:400g/L

6.5 去离子水: 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 电子天平：分度值为0.0001克

7.2 电热板

7.3 棕色酸式滴定管:50mL

7.4 碱式滴定管:25mL

**8 分析步骤**

8.1 称取一定量样品(焦亚硫酸钠称取约17g,亚硫酸氢钠称取约50g，精确到0.01mg),加入400mL烧杯中,加入100mL去离子水,小心加入（15±1）mL浓硝酸。

8.2 在电热板上加热30分钟,取下冷却。

8.3 加入25mLAgNO3标准滴定溶液，混合后过滤到500mL的三角瓶中，用（70～90）℃热去离子水冲洗沉淀2～3次。

8.4 加入5mL铁铵钒指示，用KSCN标准滴定溶液滴定至铁锈色终点。

9 计算公式

 焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中氯化钠含量以氯化钠质量分数W计，数值以%表示，按下式计算：

（C1V1—C2V2）×0.058

 W =­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­ ×100

m

式中:

C1—AgNO3标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔摩尔每升（mol/L）；

V1—加入AgNO3标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C2—KSCN标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V2—消耗KSCN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)；

0.058—与1.00 mLAgNO3标准滴定溶液[C(AgNO3)=1.000 mol/L]相当的,以克表示的氯化钠的质量。

**10 结果的表述**

所得结果计算到小数点后四位，按GB/T 8170 修约到小数点后三位。取其算术平均值作为测定结果。

**11 重复性**

焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中氯化物的测定在同一实验室，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应不大于其平均值的10%。

焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中硫酸钠含量的测定

**1 范围**

 本标准规定了焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中硫酸钠含量的测定方法。

**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 工业用化学产品采样安全通则

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

 恒重：constant weight

两次称量重量差异在万分之二以下可视作恒重。

**4 采样**

按GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6679、GB/T 6680的规定采取样品。

**5 原理**

 在惰性气体环境中，加入盐酸，除掉试样中的二氧化硫，然后加入Ba2＋，与SO42-反应生成硫酸钡沉淀。

**6 试剂与材料**

6.1 氮气

6.2 浓盐酸:分析纯

6.3 氯化钡溶液:5%

6.4 去离子水: 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 电热板

7.2 坩埚

7.3 电阻炉

7.4 分析天平:分度值为0.0001g

7.5 三角瓶:250mL

7.6 烧杯:500mL

7.7 电炉

7.8 恒温水浴

**8 分析步骤**

8.1 称取一定量样品(焦亚硫酸钠称取约10g,亚硫酸氢钠称取约50g,精确到0.1毫克)加入三角瓶中。

8.2 用氮气吹扫三角瓶,注意不要将试样吹出。

8.3 向三角瓶内小心地加入50mL浓盐酸,放在电热板上加热,并继续送氮气（20±1）分钟,使三角瓶内液体处于沸腾状态。

8.4 停止吹氮气,继续加热蒸发,直至液体体积大约为20mL为止,冷却后用去离子水稀释至大约150mL,使盐溶解到溶液中。

8.5 用定量滤纸将溶液过滤到烧杯中,用去离子水多次冲洗滤纸。

8.6 用去离子水将滤液稀释至（250～300）mL,放在电炉上使之沸腾,向烧杯中加入10mL氯化钡溶液,取下后放在水浴中存放（120±5）分钟。

8.7 冷却后,用定量滤纸过滤,用（70～100）mL(60±5)℃热去离子水冲洗沉淀物,将沉淀物连同滤纸一起移入事先恒重的坩埚中。

8.8 将坩埚放在（700～900）℃电阻炉里灼烧（30±10）分钟。

8.9 取出后放在干燥器内冷却30分钟后称重

**9 计算公式**

 焦亚硫酸钠及亚硫酸氢钠中硫酸钠含量以硫酸钠质量分数W计，数值以%表示，按下式计算：

M1×0.6086

 W =­­­­­­­­­­­ ×100

m

式中：

M1—烘干后的硫酸钡质量，单位为克（g）；

m—样品质量，单位为克（g）；

0.6086—硫酸钠与硫酸钡的分子量之比。

**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**

 焦亚硫酸钠中硫酸钠的测定在同一实验室，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之差应不大于其平均值的5%； 亚硫酸氢钠中硫酸钠的测定在同一实验室，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之差应不大于其平均值的10%。