



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23855—2009

---

## 液体三氧化硫

Liquid sulphur trioxide

2009-05-18 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硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC 63/SC 7)归口。

本标准负责起草单位：南化集团研究院。

本标准参加起草单位：扬州市新业化工有限公司。

本标准主要起草人：冯俊婷、邱爱玲、邹惠玲、贺艳、李辉、刘春娣、夏攀登。

## 液 体 三 氧 化 硫

## 1 范围

本标准规定了液体三氧化硫的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业用液体三氧化硫。

分子式： $\text{SO}_3$

相对分子质量：80.06（按 2003 年国际相对原子质量）

## 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 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

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，Reagents for chemical analysis—Part 1:General test methods,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，Reagents for chemical analysis—Part 1:General test methods,NEQ）

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 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 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

GB 12268 危险货物物品名表

GB 15258 化学品安全标签编写规定

## 3 要求

液体三氧化硫的产品质量分为优等品、一等品和合格品，其技术指标应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外观	无色透明的液体	无色透明或微棕色的液体	—
三氧化硫( $\text{SO}_3$ )的质量分数/%	$\geq 99.7$	99.5	99.0
二氧化硫( $\text{SO}_2$ )的质量分数/%	$\leq 0.20$	0.40	—
灰分的质量分数/%	$\leq 0.05$	0.40	—
铁(Fe)的质量分数/%	$\leq 0.020$	0.030	—
注：指标中的“—”表示该类别产品的技术要求中没有此项目。			

## 4 试验方法

**安全提示**——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

本标准中所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

## 4.1 外观的测定

目视测定。

## 4.2 三氧化硫的质量分数的测定 化学滴定法

## 4.2.1 原理

以甲基红-亚甲基蓝为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液中和滴定试验溶液，将测得的硫酸的含量换算为三氧化硫的含量，并从中减去由二氧化硫含量换算为三氧化硫含量的数值。

## 4.2.2 试剂

4.2.2.1 过氧化氢溶液：1+9。用甲基红-亚甲基蓝为指示剂，用酸或碱中和至灰绿色。

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

4.2.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

## 4.2.3 仪器

安瓿球：容积 2 mL~3 mL，如图 1 所示。

单位为毫米

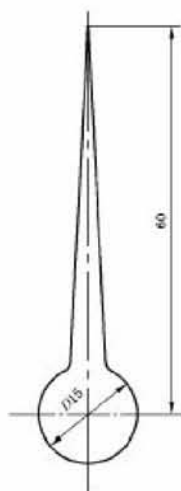


图 1 安瓿球

## 4.2.4 分析步骤

取一干燥安瓿球称量，精确至 0.000 1 g。在微火上小心将球部烤热，迅速将该球之毛细管插入试样中，吸取 0.4 g~0.7 g 试样，立即用火焙封毛细管的尖端，并用小火将毛细管外壁沾附的酸液烤干，冷却后称量，精确至 0.000 1 g。

将安瓿球置于盛有 100 mL 水和 5 mL 过氧化氢溶液(4.2.2.1)的具磨口塞的 500 mL 锥形瓶中，塞紧瓶塞，强烈振荡使安瓿球破碎，继续振荡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,加入(2~3)滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(4.2.2.3),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.2.2)滴定至溶液呈灰绿色为终点。

#### 4.2.5 结果计算

三氧化硫( $\text{SO}_3$ )的质量分数  $w_1$ ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM/2}{m \times 1000} \times 100 - 1.25w_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V$ ——滴定时耗用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.2.2)的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$ ——三氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=80.06$ );

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g);

$w_2$ ——按4.3.4计算的二氧化硫的质量分数,以%表示;

1.25——二氧化硫换算为三氧化硫的系数。

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应不大于0.30%。

### 4.3 二氧化硫的质量分数的测定 化学滴定法

#### 4.3.1 原理

在冷却条件下,将试样吸收于一定量的氢碘酸溶液中,以淀粉溶液为指示剂,用碘标准滴定溶液滴定,由滴定耗用的碘标准滴定溶液的体积计算出二氧化硫的含量。

#### 4.3.2 试剂

4.3.2.1 氢碘酸溶液:100 g/L。称取100 g 氢碘酸溶于水,用水稀释至1 L。有不溶物时过滤。

4.3.2.2 碘标准滴定溶液:0.1 mol/L。

4.3.2.3 碘标准滴定溶液:0.01 mol/L。

量取10.00 mL 碘标准滴定溶液(4.3.2.2)置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用时配制。

4.3.2.4 淀粉溶液:10 g/L。

#### 4.3.3 分析步骤

取一干燥安瓿球称量,精确至0.0001 g。在微火上小心将球部烤热,迅速将该球之毛细管插入试样中,吸取约1.5 g(可视二氧化硫含量增减取样量)试样,立即用火焰熔封毛细管的尖端,并用小火将毛细管外壁沾附的酸液烤干,冷却后称量,精确至0.0001 g。

在冷却的条件下,向具有磨口塞的500 mL 锥形瓶中加入10 mL 氢碘酸溶液(4.3.2.1)和200 mL 水,注意溶液温度不得高于30℃(可用碎冰或冷水降温)。将安瓿球置于锥形瓶中,塞上瓶塞,强烈振荡使安瓿球破碎,继续振荡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,加入2 mL 淀粉溶液(4.3.2.4),用碘标准滴定溶液(4.3.2.3)滴定至溶液呈浅蓝色为终点。

同时做空白试验。

#### 4.3.4 结果计算

二氧化硫( $\text{SO}_2$ )的质量分数  $w_2$ ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_0)cM/2}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$V_1$ ——滴定时耗用碘标准滴定溶液(4.3.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验耗用碘标准滴定溶液(4.3.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——碘标准滴定溶液(4.3.2.3)的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);



$M$ ——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=64.06$ );

$m$ ——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,平行测定结果的相对偏差应不大于5%。

#### 4.4 灰分的质量分数的测定 称量法

##### 4.4.1 原理

试料蒸发至干后,在800℃时灼烧,冷却后称量。

##### 4.4.2 仪器

4.4.2.1 铂皿(或石英皿):容量50 mL~60 mL。

4.4.2.2 高温电炉:可控制温度(800±50)℃。

4.4.2.3 称量锥形瓶:40 mL~50 mL,具厚玻璃磨口塞。

##### 4.4.3 分析步骤

将铂皿(4.4.2.1)置于高温电炉(4.4.2.2)内,在(800±50)℃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。

用称量锥形瓶(4.4.2.3)以减量法称取25 g~50 g试样(精确至0.01 g),置于已恒量的铂皿中,任其在常温下挥发至不冒白烟,移至砂浴(或可调温电炉)上,继续加热蒸发至干,移入高温电炉(4.4.2.2)内,在(800±50)℃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。

##### 4.4.4 结果计算

灰分的质量分数 $w_3$ ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_1$ ——试料灼烧后的灰分的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——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,平行测定结果的允许相对偏差见表2。

表 2

灰分的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.015	≤10
≤0.015	≤20

#### 4.5 铁的质量分数的测定 邻菲罗啉分光光度法

##### 4.5.1 原理

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值为2~9的条件下,二价铁离子与邻菲罗啉反应生成橙色络合物,在波长为510 nm处,用分光光度计测其吸光度。

##### 4.5.2 试剂

4.5.2.1 盐酸溶液:1+10。

4.5.2.2 硫酸溶液:1+1。

4.5.2.3 盐酸羟胺溶液:10 g/L。

4.5.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5。

4.5.2.5 邻菲罗啉溶液: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(4.5.2.1),溶解后用水稀释至100 mL,避光保存。

4.5.2.6 铁(Fe)标准溶液:100 μg/mL。

称取0.863 g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ,精确至0.001 g,溶解于200 mL水中,加5 mL

浓盐酸,移至1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 4.5.2.7 铁(Fe)标准溶液:10 μg/mL。

量取10.00 mL铁标准溶液(4.5.2.6)置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用时配制。

#### 4.5.3 仪器

4.5.3.1 分光光度计:具有510 nm波长。

4.5.3.2 称量锥形瓶:40 mL~50 mL,具厚玻璃磨口塞。

#### 4.5.4 分析步骤

##### 4.5.4.1 试液的制备

用称量锥形瓶(4.5.3.2)以减量法称取10 g~20 g试样,精确至0.01 g,置于50 mL烧杯中,任其在常温下挥发至不冒白烟,移至砂浴(或可调温电炉)上蒸发至干,冷却,加2 mL盐酸溶液(4.5.2.1)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。

若用测定灰分后的残渣为试料,则先用5 mL硫酸溶液(4.5.2.2)溶解残渣,蒸干,冷却,加2 mL盐酸溶液(4.5.2.1)和25 mL水,加热使其溶解,冷却后移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

##### 4.5.4.2 工作曲线的绘制

量取0 mL,2.0 mL,4.0 mL,6.0 mL,8.0 mL,10.0 mL铁标准溶液(4.5.2.7),分别置于6个50 mL容量瓶中,加水至约25 mL,加2.5 mL盐酸羟胺溶液(4.5.2.3),5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.5.2.4),5 min后加5 mL邻菲罗啉溶液(4.5.2.5),用水稀释至刻度,摇匀,放置15 min~30 min,显色。

在510 nm波长处,用1 cm吸收池,以水为参比,测定标准显色溶液的吸光度。

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,相应的铁质量为横坐标,绘制工作曲线。或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

##### 4.5.4.3 测定

量取一定量的试液(4.5.4.1),使其相应的铁质量在10 μg~100 μg之间,置于50 mL容量瓶中,加水至约25 mL,然后按4.5.4.2中所述“加2.5 mL盐酸羟胺溶液……以水为参比”的步骤操作,测定溶液的吸光度。

同时做空白试验。

##### 4.5.5 结果计算

从试液的吸光度值减去空白试验的吸光度值,根据所得的吸光度值差从工作曲线上查出相应的铁的质量或用线性回归方程计算出铁的质量。

铁(Fe)的质量分数 $w_i$ ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_i = \frac{m_i \times 10^{-4}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$m_i$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铁的质量的数值,单位为微克(μg);

$m$ ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的允许相对偏差见表3。

表 3

铁的质量分数/%	允许相对偏差/%
>0.005	≤5
≤0.005	≤10

## 5 检验规则

5.1 液体三氧化硫应由生产企业的质量监督检验部门检验,一般以一贮罐为一批,生产企业应保证每批出厂的产品各项指标符合本标准的要求。每批产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:产品名称、产品等级、生产企业名称、生产企业地址、商标、批号、生产日期、净含量、本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的液体三氧化硫进行验收,核准其质量指标是否符合本标准的要求。当供需双方对产品质量发生争议时,应由有资质的第三方检验机构仲裁检验。

5.3 检验用的样品,由质检部门专人随机采样。采样按 GB/T 6680—2003 中 7.1.2 和 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定进行。取样总量不得少于 250 mL。

5.4 将取得的样品混合均匀,立即装入清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中,瓶上应贴有标签,注明产品名称、生产企业名称、批号、采样日期、采样者姓名等。一瓶用于检验,另一瓶作为保留样。

5.5 检验结果按 GB/T 1250 中规定的修约值比较法判定是否符合本标准。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求,应重新取两倍量的样品作为实验室样品进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

## 6 标志、包装、运输和贮存

6.1 液体三氧化硫应储存于储槽内,储槽及其管道的温度应保持在 30℃~44℃。

6.2 液体三氧化硫的包装容器上应有明显、牢固的标志,内容包括:产品名称、产品等级、生产企业名称、生产企业地址、商标、批号、生产日期、净含量、本标准编号、符合 GB 190 规定的“腐蚀品”标志和 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

6.3 液体三氧化硫应装于专用的槽车或特制金属罐内运输,运输时容器的温度应保持在 30℃~44℃,避免太阳直接暴晒。槽车或金属罐应定期清理并干燥。

6.4 液体三氧化硫的标签应符合 GB 15258 的规定。

## 7 安全

7.1 液体三氧化硫属于 GB 12268 规定的一级无机酸性腐蚀品,具有强腐蚀性和吸湿性,操作时必须穿戴防毒面具、防护眼镜、耐酸手套、全身防护服和耐酸长筒靴子。

7.2 工作现场应备有应急水源和沙土。

7.3 液体三氧化硫若溅在身上,应立即脱去被污染衣着,用大量流动清水冲洗至少 15 min,就医;液体三氧化硫若溅入眼睛,应立即提起眼睑,用大量流动清水冲洗至少 15 min,就医;若误服液体三氧化硫,不可催吐,立即就医。

7.4 液体三氧化硫一旦发生泄漏,应疏散泄漏污染区人员至安全区,禁止无关人员进入污染区,建议应急人员带自给式呼吸器,穿化学防护服。合理通风,不要直接接触泄漏物,勿使泄漏物与易燃物质(木材、纸、油等)接触,在确保安全下堵漏。喷水雾减慢挥发(或扩散),但不要对泄漏物或泄漏点直接喷水。

7.5 工作环境禁止吸烟、进食和饮水,工作毕,淋浴更衣。

7.6 液体三氧化硫遇水能发生爆炸,灭火宜用沙土掩埋,禁止用水。