

ICS 71.060.01;71.060.99

G 14

备案号:15037—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3736—2004

工业盐酸羟胺

Hydroxylammonium chloride for industrial use

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准主要根据国内生产和使用实际情况制定。

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无机化工分会(CSBTS/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、淄博兴辉化工有限公司。

本标准主要起草人:弓创周、范国强、高庆辉、侯诗东、韩己强。

工业盐酸羟胺

1 范围

本标准规定了工业盐酸羟胺的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业盐酸羟胺。该产品主要用于有机合成、合成橡胶工业、医药中间体、彩色胶片洗印等。

分子式： HONH_2Cl

分子量：69.49(按 2001 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—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(ISO 780:1997 EQV)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的方法 邻菲罗啉分光光度法(ISO 6685:1982 NEQ)

GB/T 6678 化工产品采样总则

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

GB 6685—1986 化学试剂标准盐酸羟胺

GB 15258 化学品安全标签编写规定

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 要求

3.1 外观：白色针状结晶。

3.2 工业盐酸羟胺应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		优等品	一等品
盐酸羟胺(HONH_2Cl)质量分数, %	\geq	99.0	98.0
硫酸盐(以 SO_4 计)质量分数, %	\leq	0.005	0.02
重金属(以 Pb 计)质量分数, %	\leq	0.000 5	0.000 5
铁(Fe)质量分数, %	\leq	0.000 5	0.000 5
干燥减量质量分数, %	\leq	0.3	0.5

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

4.3 盐酸羟胺的测定

4.3.1 方法提要

样品溶于无氧的水中,加硫酸溶液酸化,加已知量的硫酸铁铵溶液氧化。于 60℃ 下用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 磷酸;

4.3.2.2 硫酸溶液:1+6(用无氧的水配制);

4.3.2.3 硫酸铁铵溶液:250 g/L,用无氧的水现用现配;

4.3.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 约为 0.1 mol/L;

4.3.2.5 无氧的水。

4.3.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g。溶于无氧的水中,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 溶液于 250 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硫酸溶液及 20 mL 硫酸铁铵溶液,摇匀。缓缓煮沸 5 min,加入 100 mL 无氧的水,加 2 mL 磷酸,于 60℃ 下用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色。同时进行空白试验。

4.3.4 结果计算

盐酸羟胺含量以盐酸羟胺(HONH_2Cl)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)c \times 10^{-3} \times M/2}{m \times 20/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液(4.3.2.4)体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液(4.3.2.4)体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——盐酸羟胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=69.49$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.4 硫酸盐含量的测定

4.4.1 方法提要

在酸性介质中加入氯化钡,与试验溶液中的硫酸根离子生成白色沉淀,与同法处理的硫酸盐标准浊溶液比较。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 盐酸溶液:2+1。

4.4.2.2 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:200 g/L。

4.4.2.3 硫酸盐标准溶液:每毫升含硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)0.05 mg。

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

4.4.3 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样,加少量水溶解,立即转移至 25 mL 比色管中,加 0.5 mL 盐酸溶液,加 2 mL 氯化钡溶液,加水稀释至 25 mL,摇匀。放置 5 min。所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液分别是:优等品取 1.00 mL 硫酸盐标准溶液,一等品取 4.00 mL 硫酸盐标准溶液,与试样同时同样处理。

4.5 重金属含量的测定

4.5.1 方法提要

在乙酸介质中加入硫化氢饱和溶液,与试验溶液中的重金属生成棕色沉淀,与同法处理的铅标准比色溶液比较。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.5.2.2 氨水溶液:1+2。

4.5.2.3 乙酸溶液:1+20。

4.5.2.4 硫化氢饱和溶液:现用现配。

4.5.2.5 铅标准溶液:每毫升含铅(Pb)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液现用现配。

4.5.3 分析步骤

称取 (2.00 ± 0.01) g 试样,放入瓷坩埚中,在电炉上慢慢加热分解至完全,加 5 mL 硝酸溶液溶解残渣,再放到电炉上慢慢蒸干后,加少量水溶解,用氨水溶液(约 2~3 滴)中和至 pH 4,移入 50 mL 比色管,稀释至 25 mL,加 1 mL 乙酸溶液及 5 mL 硫化氢饱和溶液,稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是:取 1.00 mL 铅标准溶液,与试样同时同样处理。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.6.2 试剂

GB/T 3049—1986 第 3 章规定的试剂和材料。

4.6.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 绘制工作曲线

按 GB/T 3049—1986 第 5.3 条的规定,使用 3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

4.6.4.2 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,加 20 mL 水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中。另取一个 100 mL 容量瓶,加水至同前一个容量瓶作为空白试验溶液。

4.6.4.3 测定

按 GB/T 3049—1986 中 5.4 条的规定,从“必要时,加水至 50 mL”开始进行操作。

根据测得的吸光度,由标准曲线上查出被测试验溶液和被测空白试验溶液中铁的质量。

4.6.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{10m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出试验溶液的铁质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_0 ——从工作曲线上空白试验溶液查出的铁质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1%。

4.7 干燥减量的测定

4.7.1 方法提要

试样在 80℃ 的干燥箱中烘干 3 h，取出样品放置于干燥器中冷却至室温，称量。

4.7.2 仪器

电热恒温干燥箱：温度能控制(80±5)℃。

4.7.3 分析步骤

用经(80±5)℃恒重的称量瓶称取 2 g~3 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于电热恒温干燥箱中于(80±5)℃烘干 3 h，取出称量瓶放置于干燥器中冷却至室温，称量。

4.7.4 结果计算

干燥减量的质量分数 w_3 ，数值以%表示，按公式(3)计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值，单位为克(g)；

m_0 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

5 检验规则

5.1 本标准所有指标项目为出厂检验。

5.2 每批产品不超过 1 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 200 g，装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中，密封，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存备查，保存时间由生产厂根据需要确定。

5.4 工业盐酸羟胺由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业盐酸羟胺进行验收。验收应在货到之日算起的 15 天内进行。

5.6 检验结果中如有一项指标不符合标准要求时，应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合标准要求时，则整批产品为不合格。

5.7 在符合本标准贮存运输的条件下，保质期为 12 个月。

5.8 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 工业盐酸羟胺包装上要有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号及 GB 190—1990 中规定的“有毒品标志”、GB/T 191—2000 中规定的“怕雨”标志以及符合 GB 15258 的安全标签。

6.2 每批出厂的工业盐酸羟胺都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业盐酸羟胺采用内衬聚乙烯塑料袋,中层为纸袋外套塑料编织袋包装或纸板桶包装。内袋热合或扎口,外袋应牢固缝合。每袋(桶)净含量 25 kg。

7.2 工业盐酸羟胺在运输过程中应防潮、防雨、防晒。

7.3 工业盐酸羟胺应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。
