

ICS 71.060.50
G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5556~5559—2019

工业六氰合铁酸四钠、 工业氰酸钠、热媒体用熔盐 和柴油发动机尾气净化液用尿素 (2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5556—2019	工业六氰合铁酸四钠	(1)
HG/T 5557—2019	工业氰酸钠	(11)
HG/T 5558—2019	热媒体用熔盐	(23)
HG/T 5559—2019	柴油发动机尾气净化液用尿素	(43)

ICS 71.060.50
G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5557—2019

工业氰酸钠

Sodium cyanate for industrial use

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：湖北得力新材料有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、重庆川东化工（集团）有限公司、深圳市中润水工业技术发展有限公司、浙江水知音环保科技有限公司、山东大耀特种材料有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：刘爱兵、郭凤鑫、王禄、李润生、俞明华、王宗耀、周伏秋、李子梅、赵美敬、赵桢。

工业氰酸钠

1 范围

本标准规定了工业氰酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业氰酸钠。该产品主要作为有机合成、药物合成、农药合成、染料合成的原料，也用作金属加工的热处理剂。

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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式：NaOCN

相对分子质量：65.01（按2016年国际相对原子质量）

4 要求

4.1 外观：白色粉末或结晶。

4.2 工业氰酸钠按本标准规定的试验方法检测应符合表1的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氰酸钠 (NaOCN) $w/\%$	≥ 95.0	92.5	91.0
碳酸钠 (Na ₂ CO ₃) $w/\%$	≤ 4.0	6.0	8.0
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.1	0.2	0.5
干燥减量 $w/\%$	≤ 0.2	0.3	0.5
游离氨 (NH ₃) $w/\%$	≤ 0.05	—	—
尿素 (H ₂ NCONH ₂) $w/\%$	≤ 0.5	—	—

5 试验方法

5.1 警示

本试验方法中所使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！必要时需在通风橱中操作。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

5.2 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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 氰酸钠含量的测定

5.4.1 原理

氰酸钠在过量盐酸中分解产生 NH_4^+ ， NH_4^+ 与甲醛溶液反应生成六亚甲基四胺并放出 H^+ ，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，以酚酞为指示剂。

5.4.2 试剂或材料

5.4.2.1 氢氧化钠溶液：100 g/L。

5.4.2.2 盐酸溶液：1+4。

5.4.2.3 中性甲醛溶液。

将等体积的甲醛和水混合均匀，使用前加入 2 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至呈微红色，并保持 30 s 不褪色。

5.4.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.5 刚果红试纸。

5.4.2.6 甲基红指示液：1 g/L。

5.4.2.7 酚酞指示液：10 g/L。

5.4.3 试验步骤

称取约 4.5 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中，加少量水溶解，全部转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述溶液，置于 250 mL 锥形瓶（或具塞锥形瓶）中，加入 100 mL 水、10 mL 盐酸溶液，放入 3 颗玻璃珠。在通风橱中，置于可调温电炉上加热保持微沸，浓缩至体积为 40 mL~50 mL（时间控制在 40 min~50 min）。取下，盖上表面皿（或塞子），冷却至室温。放入一小片刚果红试纸，首先用氢氧化钠溶液中和至试纸呈暗红色，然后加入 1 滴甲基红指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微黄色（刚果红试纸刚好呈红色），不记录氢氧化钠标准滴定溶液消耗的体积。加入 15 mL 中性甲醛溶液，盖上表面皿（或塞子），放置 3 min，再加入 2 滴~3 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈红色且颜色 30 s 不褪色为终点。

5.4.4 试验数据处理

氰酸钠含量以氰酸钠（NaOCN）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m \times (25/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氰酸钠（NaOCN）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=65.01$ ）；

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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

5.5 碳酸钠含量的测定

5.5.1 试剂和材料

5.5.1.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.1.2 酚酞指示液：10 g/L。

5.5.1.3 无二氧化碳的水。

5.5.2 试验步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 无二氧化碳的水溶解，再加入 1 滴~2 滴酚酞指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为无色为终点。

5.5.3 试验数据处理

碳酸钠含量以碳酸钠（ Na_2CO_3 ）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

(17)

3

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

M ——碳酸钠 (Na_2CO_3) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=106.0$)；

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，两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.2%、一等品不大于 0.3%、合格品不大于 0.4%。

5.6 水不溶物的测定

5.6.1 仪器设备

5.6.1.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.1.2 玻璃砂坩埚：滤板孔径 $5\text{ }\mu\text{m} \sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

5.6.2 分析步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中，加入 150 mL 水，加热至试样完全溶解。用预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用 100 mL 热水分次洗涤烧杯及滤渣。将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.6.3 试验数据处理

水不溶物的质量分数 w_3 ，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_2 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.02%、一等品不大于 0.04%、合格品不大于 0.05%。

5.7 干燥减量的测定

5.7.1 仪器设备

5.7.1.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7.1.2 称量瓶： $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

5.7.2 试验步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中，放入电热恒温干燥箱中于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.7.3 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_4 计，按公式 (4) 计算：

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_2 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——干燥后试料和称量瓶的质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

5.8 游离氨的测定

5.8.1 试剂或材料

5.8.1.1 氢氧化钠溶液：320 g/L。

5.8.1.2 纳氏试剂。

5.8.1.3 氨标准溶液：1 mL 溶液含氨（ NH_3 ）0.1 mg。

称取 0.314 g 于 100 °C ~ 105 °C 下干燥至质量恒定的氯化铵，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.8.2 试验步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.01 g。加水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 上述试验溶液，置于 100 mL 比色管中，用水稀释至约 75 mL。加入 3 mL 氢氧化钠溶液和 2 mL 纳氏试剂，用水稀释至刻度，摇匀。试验溶液所呈黄色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液是取 0.5 mL 氨标准溶液，置于 100 mL 比色管中，用水稀释至约 75 mL，以下操作与试验溶液同时同样处理。

5.9 尿素含量的测定

5.9.1 原理

尿素与二乙酰一肟及安替比林反应呈现黄色，在波长 460 nm 处有最大吸收，通过标准曲线法进行测定。

5.9.2 试剂或材料

5.9.2.1 二乙酰一肟乙酸溶液：2 g/L。

称取 0.2 g 二乙酰一肟，溶于乙酸溶液（1+10）中，并用乙酸溶液（1+10）稀释至 100 mL，储存于棕色瓶中备用。

5.9.2.2 安替比林溶液：2 g/L。

称取 0.2 g 安替比林，溶于硫酸溶液（1+1）中，并用硫酸溶液（1+1）稀释至 100 mL，储存于棕色瓶中备用。

5.9.2.3 尿素标准溶液：1 mL 溶液含尿素（ H_2NCONH_2 ）0.10 mg。

称取 0.100 g 尿素，加水溶解，转移至 1 000 mL 容量瓶中，加入 0.1 mL 三氯甲烷，用水稀释至刻度，摇匀。冷藏保存。

5.9.3 仪器设备

分光光度计：配有 1 cm 比色皿。

5.9.4 试验步骤

5.9.4.1 标准曲线的绘制

取 6 支 50 mL 棕色容量瓶，分别加入 0.0 mL、0.1 mL、0.3 mL、0.5 mL、0.7 mL、0.9 mL 尿素标准溶液，加水至约 20 mL。加入 1.0 mL 二乙酰一肟溶液，摇匀。再加入 2.0 mL 安替比林溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将容量瓶置于沸水浴中，保温 50 min。取出，在流动的自来水中冷却至室温。使用分光光度计，以水调零，在波长 460 nm 处，用 1 cm 比色皿，测量吸光度。以尿素的质量为横坐标、对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

5.9.4.2 试验

称取约 1 g 试样，精确至 0.01 g。加水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后移取 10.00 mL 溶液，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

移取 25.00 mL 上述溶液，置于 50 mL 棕色容量瓶中，加入 1.0 mL 二乙酰一肟溶液，摇匀。再加入 2.0 mL 安替比林溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将容量瓶置于沸水浴中，保温 50 min。取出，在流动的自来水中冷却至室温。同时同样制备空白试验溶液。

使用分光光度计，以水调零，在波长 460 nm 处，用 1 cm 比色皿，测量试验溶液的吸光度和空白试验溶液的吸光度，从标准曲线上查得试验溶液中尿素的质量和空白试验溶液中尿素的质量。

5.9.5 试验数据处理

尿素含量以尿素 (H_2NCONH_2) 的质量分数 w_5 计，按公式 (5) 计算：

$$w_5 = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^{-6}}{m \times (10/100) \times (25/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_2 ——从标准曲线上查出的试验溶液中尿素的质量的数值，单位为微克 (μg)；

m_1 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中尿素的质量的数值，单位为微克 (μg)；

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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

6 检验规则

6.1 要求中规定的所有指标均为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 用相同材料、基本相同的生产条件、连续生产或同一班组生产的同一个级别的工业氰酸钠为一批，每批产品不大于 50 t。

6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g。将所采样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验；另一份保存备查，保存时间由生产企业根据实际需要确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应自两倍量的包装中采样进行复验，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。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的数值修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 工业氰酸钠包装袋上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、等级、批号或生产日期、本标准编号和 GB/T 191—2008 中第 2 章规定的“怕雨”“怕晒”标志。

7.2 每批出厂的工业氰酸钠都应附有质量证明书，质量证明书内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、等级、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。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业氰酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，内袋包装时将袋内空气排出，袋口用尼龙绳扎紧，或用与其相当的其他方式封口，应严密不漏；外包装采用塑料编织袋，外包装袋应牢固缝合或热合封口。每袋净含量 20 kg 或 25 kg。如需其他包装方式，可由供需双方另行协商确定。

8.2 工业氰酸钠在运输过程中应有遮盖物，防止日晒、碰撞、雨淋、受潮，不应与酸性物质混运。

8.3 工业氰酸钠贮存时应远离火源，置于阴凉、干燥处，防止受潮、日晒，不应与酸性物质混贮。
