

ICS 71.040.30
G 63
备案号:41904—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3454—2013

代替 HG/T 3454—1999

化学试剂 硫脲

Chemical reagent—Thiourea

2013-10-17 发布

2014-03-01 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。

本标准代替 HG/T 3454—1999《化学试剂 硫脲》，与 HG/T 3454 1999 相比主要变化如下：

——澄清度试验的规格由“合格”调整为“3 号”、“5 号”（见本版的第 4 章，1999 年版的第 4 章）；

——增加了灵敏度试验、硫酸盐和重金属三项规格及测定方法（见本版的第 4 章、5.4、5.9、5.11）。

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化学试剂分会（SAC/TC63/SC3）归口。

本标准负责起草单位：北京益利精细化学品有限公司。

本标准主要起草人：赵玉峰、司玉荣。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

——HGB 3365—1960、HG/T 3454—1976、HG/T 3454 1999。

化学试剂 硫脲

示性式： H_2NCSNH_2
相对分子质量：76.12(根据 2011 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂 硫脲的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。
本标准适用于化学试剂 硫脲的检验。

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,仅所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 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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB/T 9735—2008 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法
- GB/T 9741 2008 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法
- GB 15346 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准
- HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色结晶,溶于水和乙醇。

4 规格

硫脲的规格见表 1。

表 1 硫脲的规格

名 称	分析纯	化学纯
含量(H_2NCSNH_2) $w/\%$	≥ 99.0	≥ 98.0
灵敏度试验	合格	合格
澄清度试验/号	≤ 3	≤ 5
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.002	≤ 0.01
干燥失重 $w/\%$	≤ 0.5	—
灼烧残渣(以硫酸盐计) $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.02
硫酸盐(SO_4^{2-}) $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.01
硫氰酸盐(以 SCN^- 计) $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.01
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	≤ 0.001	≤ 0.002

HG/T 3454—2013

5 试验

5.1 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,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 0.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 容量瓶中,溶于水,稀释至刻度。取 20.00 mL,注入碘量瓶中,加 50.00 mL 碘标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{2}I_2)=0.1\text{ mol/L}]$ 及 20 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L),摇匀,于暗处放置 10 min。加 100 mL 水及 10 mL 盐酸溶液(20 %),摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(Na_2S_2O_3)=0.1\text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

取 20 mL 水,同时做空白试验。

硫脲的质量分数 w_1 ,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times (20/500) \times 1\,000} \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V_1 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硫脲摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $\left\{M\left[\frac{1}{8}(H_2NCSNH_2)\right]=9.515\right\}$;

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 灵敏度试验

称取 0.5 g 样品,溶于 10 mL 水中,加 10 mL 铋(Bi)标准溶液(0.01 mg/mL),摇匀。溶液应呈黄色。

5.5 澄清度试验

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的下列澄清度标准。

分析纯:3 号;化学纯:5 号。

5.6 水不溶物

称取 50 g 样品,溶于 500 mL 水中,在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.7 干燥失重

称取 1.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于已在 105 °C ± 2 °C 干燥至恒重的称量瓶中,于 105 °C ± 2 °C 的电烘箱中干燥至恒重。

干燥失重的质量分数 w_2 ,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \text{..... (2)}$$

式中:

m_1 ——干燥前样品质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后样品质量的数值,单位为克(g)。

5.8 灼烧残渣

称取 20 g 样品,按 GB/T 9741—2008 中 4.2 的规定测定,结果按第 5 章的规定计算。

5.9 硫酸盐

称取 2 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐(SO_4^{2-})标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积样品溶液同时、同样处理。

分析纯:0.02 mg;化学纯:0.04 mg。

5.10 硫氰酸盐

5.10.1 不含硫氰酸盐的硫脲的制备

称取 100 g 样品,加 300 mL 水,加热溶解、过滤,迅速冷却,结晶。用玻璃滤坩过滤,用 100 mL 乙醇(无水乙醇)洗涤,再用 50 mL 乙醇(无水乙醇)洗涤两次。将结晶溶于 100 mL 水中,按上述方法处理。将第二次结晶溶于 50 mL 水中,按上述方法处理即得。

5.10.2 测定方法

称取 0.5 g 样品,溶于 20 mL 水,加 0.2 mL 盐酸溶液(20%)及 0.1 mL 十二水合硫酸铁(Ⅲ)铵溶液(100 g/L),摇匀。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 0.5 g 不含硫氰酸盐的硫脲及含下列数量的硫氰酸盐(SCN^-)标准溶液,与样品同时、同样处理。

分析纯:0.025 mg;化学纯:0.050 mg。

5.11 重金属

称取 5 g 样品,溶于水,稀释至 50 mL。取 20 mL,用乙酸溶液(30%)调节溶液的 pH 值至 4(约 0.1 mL),用水稀释至 25 mL,按 GB/T 9735—2008 中 5.2 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 10 mL 样品溶液及含下列数量的铅(Pb)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积样品溶液同时、同样处理。

分析纯:0.01 mg;化学纯:0.02 mg。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4、5 类。

内包装形式:NB-4、NB-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15。

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。