

ICS 71.060.20
G 13
备案号:30099—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3258—2010

代替 HG/T 3258—2001

工业二氧化硫脲

Thiourea dioxide for industrial use

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3258—2001《工业二氧化硫脲》。

本标准与 HG/T 3258—2001 的主要技术差异如下：

- 将产品分为高稳定型和普通型两型；
- 在高稳定型检测项目中增加测定热稳定性指标；
- 在普通型的合格品中 Fe 含量由原来的 $\leq 0.01\%$ 调整为 $\leq 0.005\%$ (2001 年版的 3.2, 本版的 5.2)。

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 (SAC/TC63/SC1) 归口。

本标准负责起草单位：宏业生化股份有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准参加起草单位：烟台达斯特克化工有限公司。

本标准主要起草人：陈志勇、周星奎、宋建德、杨裴、王瑞英、吴明军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 3258—1990、HG/T 3258—2001。

工业二氧化硫脲

1 范围

本标准规定了工业二氧化硫脲的分型、要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业二氧化硫脲。该产品主要用于化工行业、化纤行业、纺织工业和造纸工业等。

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/T 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)

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(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

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

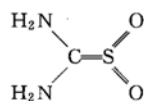
HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$

相对分子质量: 108.12(按 2007 年国际相对原子质量)

结构式:



4 分型

工业二氧化硫脲分为高稳定型和普通型两型:高稳定型适用于热稳定性不小于 50 min 的产品,普通型对热稳定性不控制。

5 要求

5.1 外观:白色粉状结晶。

5.2 工业二氧化硫脲应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	高稳定型	普通型		
		一等品	合格品	
二氧化硫脲(CH ₄ N ₂ O ₂ S)w/%	≥	99.0	98.0	96.0
硫脲(CH ₄ N ₂ S)w/%	≤	0.20	0.30	0.50
硫酸盐(以 SO ₄ 计)w/%	≤	0.17	0.17	0.27
铁(Fe)w/%	≤	0.001	0.003	0.005
水分 w/%	≤	0.10		
热稳定性/min	≥	50	—	—
注：硫酸盐含量指标为出厂时的保证值。				

注：硫酸盐含量指标为出厂时的保证值。

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医,使用挥发性试剂或加热应在通风良好的通风橱中进行。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

测定二氧化硫脲、硫脲、硫酸盐含量时,应控制在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下进行,且应在称样后立即测定。

6.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 二氧化硫脲含量的测定

6.4.1 方法提要

在弱碱性溶液中,二氧化硫脲、硫脲与碘进行定量反应,剩余的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液返滴定,总含量中扣除硫脲含量得出二氧化硫脲的含量。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 硫酸溶液:1+8;

6.4.2.2 碳酸氢钠溶液:10 g/L;

6.4.2.3 碘标准滴定溶液: $c(1/2\text{I}_2)\approx 0.1\text{ mol/L}$;

6.4.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$;

6.4.2.5 淀粉指示剂:10 g/L。

6.4.3 分析步骤

称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 烧杯中,加水溶解,全部转移到 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 15 mL 试验溶液置于 250 mL 碘量瓶中,再用移液管移入 25 mL 碘标准滴定溶液,并快速加入 50 mL 碳酸氢钠溶液,立即盖好瓶塞,水封,在暗处放置 10 min 后,用水冲洗瓶塞,加入 10 mL 硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色,加入 1 mL 淀粉指示剂,继续滴定至蓝色消失至无色,且保持 1 min 即为终点。

同时进行空白试验,空白试验除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

6.4.4 结果计算

二氧化硫脲的含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1)cM/(4 \times 1000)}{m \times 15/250} \times 100 - 1.420 w_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——二氧化硫脲($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=108.12$);

1.420——硫脲换算为二氧化硫脲的系数;

w_2 ——按 6.5 条测出的硫脲的质量分数,以%表示。

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 0.20 %。

6.5 硫脲含量的测定

6.5.1 方法提要

试样中的硫脲与碘发生氧化还原反应,以淀粉作指示剂,用碘标准滴定溶液直接滴定。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.5.2.2 碘标准滴定溶液: $c(1/2\text{I}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$;

6.5.2.3 淀粉指示剂:10 g/L。

6.5.3 仪器

微量滴定管:分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL。

6.5.4 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 碘量瓶中,加入 50 mL 水、50 mL 盐酸溶液,使试样完全溶解,再加入 2 mL 淀粉指示剂,立即用碘标准滴定溶液滴定至浅蓝色即为终点。

6.5.5 结果计算

硫脲的含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

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

式中:

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

c ——碘标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——硫脲($\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=76.12$)。

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 %。

6.6 硫酸盐含量的测定

6.6.1 方法提要

在盐酸介质中,硫酸根与钡离子生成白色细微的硫酸钡沉淀,形成悬浮液,采用目视比浊法,与标准比浊溶液比对。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸溶液:1+4;

6.6.2.2 氯化钡溶液:50 g/L;

6.6.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.6.3 仪器

比色管:50 mL。

6.6.4 分析步骤

称取 1.0 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,加水立即溶解,移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用定性滤纸干过滤(现用现配现过滤),弃去前 10 mL 滤液,用移液管移取 10 mL 滤液,置于比色管中,加入 1 mL 盐酸溶液、5 mL 氯化钡溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀,放置 10 min,其浊度不得大于标准。

标准比浊溶液的制备:对于高稳定型及普通型中的一等品,用移液管移取 1.70 mL 硫酸盐标准溶液;对于普通型中的合格品,用移液管移取 2.70 mL 硫酸盐标准溶液,分别置于两个比色管中,与试验溶液同时同样处理。

6.7 铁含量的测定

6.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.7.2 试剂

硫酸溶液:1+1;其他同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.7.3 仪器

分光光度计:带有光程为 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条的规定,使用 4 cm 或 5 cm 比色皿,取相应体积的铁标准溶液,绘制工作曲线。

6.7.4.2 试验溶液的制备

称取约 2 g 试样(合格品称量约 1 g),精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸溶液,使试样溶解,在砂浴(或电热板)上蒸发至干,冷却,用约 40 mL 水溶解残渣。

6.7.4.3 空白试验溶液的制备

空白试验除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

6.7.4.4 测定

取试验溶液和空白试验溶液,以下按 GB/T 3049—2006 第 6.4 条从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作,从工作曲线上查出相应的铁的质量。

6.7.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

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 0.000 5 %。

6.8 水分的测定

6.8.1 方法提要

试样在 60 °C ± 2 °C、真空度为 8×10^4 Pa ~ 9.3×10^4 Pa 的真空干燥箱中干燥至质量恒定,根据试样干燥前后的质量差异确定水分。

6.8.2 仪器、设备

6.8.2.1 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$;

6.8.2.2 真空干燥箱: 温度能控制在 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 真空度控制在 $8 \times 10^4\text{ Pa} \sim 9.3 \times 10^4\text{ Pa}$ 。

6.8.3 分析步骤

用已于真空干燥箱中, 在 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度和 $8 \times 10^4\text{ Pa} \sim 9.3 \times 10^4\text{ Pa}$ 的真空度下干燥至质量恒定的称量瓶, 称取约 5 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于真空干燥箱中, 于 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度和 $8 \times 10^4\text{ Pa} \sim 9.3 \times 10^4\text{ Pa}$ 的真空度下干燥至质量恒定。

6.8.4 结果计算

水分以质量分数 w_4 计, 数值以 % 表示, 按式(4)计算:

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

式中:

m ——干燥前试样质量的数值, 单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样质量的数值, 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 %。

6.9 热稳定性的测定

6.9.1 方法提要

试样在 $95\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中, 从样品放入比色管到样品开始分解的时间, 以此来评价试样对热的稳定性。

6.9.2 仪器、设备

6.9.2.1 恒温水浴: 温控范围从室温到 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, 温度均匀度 $\leq 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$;

6.9.2.2 比色管: 50 mL;

6.9.2.3 标准温度计: 分度值 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$;

6.9.2.4 玻璃漏斗。

6.9.3 分析步骤

将干燥的比色管放入恒温水浴中, 将水浴加热至 $95\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 并保持温度恒定。待比色管的温度稳定在 $95\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后, 称取 2.0 g 样品, 精确到 0.1 g, 将样品通过玻璃漏斗放入比色管中, 并记录时间 t_1 , 当比色管中的样品开始冒烟时, 记录时间 t_2 。

注: 本测定过程必须在通风橱中进行, 保持通风, 并放下通风橱玻璃窗。

6.9.4 结果计算

热稳定性以样品开始加热到分解的时间 t 表示, 按式(5)计算:

$$t = t_2 - t_1 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

t_1 ——样品放入比色管中的时间的数值, 单位为分钟(min);

t_2 ——样品开始冒烟时的时间的数值, 单位为分钟(min)。

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 3 min。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1.1 型式检验

要求中规定的所有指标项目为型式检验项目, 在正常生产情况下, 每六个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时, 必须进行型式检验:

a) 更新关键生产工艺;

- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

7.1.2 出厂检验

要求中规定的二氧化硫脲、硫脲、硫酸盐及水分、热稳定性指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的工业二氧化硫脲为一批。每批产品不超过 60 t。

7.3 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 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。瓶或塑料袋上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产企业根据实际需要确定。

7.4 生产厂应保证每批生产的工业二氧化硫脲产品都符合本标准的要求。

7.5 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

7.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

8 标志、标签

8.1 工业二氧化硫脲包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190—2009 中规定的“易于自燃的物质”标签及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业二氧化硫脲都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业二氧化硫脲采用有内衬双聚乙烯塑料薄膜袋的铁桶、纤维板桶或塑料编织袋,袋口或桶口严密封口,其性能和检验方法应符合有关规定。内袋使用聚丙烯捆扎绳或与其质量相当的绳分层对折分别扎口,或用与其相当的其他方式封口。每(桶)袋净含量为 25 kg、40 kg、50 kg。

9.2 工业二氧化硫脲运输过程中应有遮盖物,轻装、轻卸,防止包装损坏,防止雨淋、受潮和曝晒,不得与碱性物质、氧化剂混运。

9.3 工业二氧化硫脲应贮存于干燥、阴凉、通风的仓库内,不得露天堆放,应避免日光照射、受热、雨淋或受潮,避免与碱性物质、氧化剂混贮,以防止剧烈分解。

中华人民共和国

化工行业标准

工业二氧化硫脲

HG/T 3258—2010

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数13千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0870

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究