

ICS 71. 060. 99
G 14
备案号:37832—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3259—2012

代替 HG/T 3259—2004

工业水合肼

Hydrazine hydrate for industrial use

2012-11-07 发布

2013-03-01 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 3259—2004《工业水合肼》，与 HG/T 3259—2004 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——取消了 64、35 规格；取消了 pH 指标。

——将总有机物指标修改为总有机碳协议指标。

——统一了 100、80、55 规格产品的不挥发物、铁、重金属、氯化物、硫酸盐指标要求；取消了 40 规格产品的硫酸盐指标要求。

——增加了离子色谱法测定氯化物、硫酸盐试验方法；增加了总有机碳试验方法。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

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。

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院、重庆化医大塚化学有限公司、宜宾天原集团股份有限公司。

本标准主要起草人：范国强、王文、罗正清、万立、黄彬、朱炳江。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

——HG/T 3259—1990；HG/T 3259—2004，2007 年 9 月发布第 1 号修改单。

工业水合肼

1 范围

本标准规定了工业水合肼的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于工业水合肼。该产品主要作为还原剂和除氧剂用于制药原料和化学工业原料等。

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 190—2009 危险货物包装标志
GB/T 191—2008 包装储运图示标志(eqv 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-菲罗啉分光光度法(idt ISO 6685 : 1982)
GB/T 6678 化工产品采样总则
GB/T 6680 液体化工产品采样通则
GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
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 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备
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
HJ/T 84—2001 水质 无机阴离子的测定 离子色谱法
HJ/T 501—2009 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
相对分子质量:50.07(按 2010 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观:55 %及以上水合肼为无色透明发烟液体;40 %水合肼为无色透明或微带浑浊的液体。
4.2 工业水合肼按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标				
	100	80	55	40	
水合肼质量分数(N ₂ H ₄ • H ₂ O)/%	≥	99.0	80.0	55.0	40.0
不挥发物质量分数/%	≤	0.01			—
铁(Fe)质量分数/%	≤	0.000 5			—
重金属(以 Pb 计)质量分数/%	≤	0.000 5			—
氯化物(以 Cl 计)质量分数/%	≤	0.003			0.05
硫酸盐(以 SO ₄ 计)质量分数/%	≤	0.000 5			—
总有机碳(TOC)/(mg/L)		协议			—

5 试验方法

5.1 警告

本标准中使用的样品、强酸均具有腐蚀性,操作时应谨慎,避免溅出;挥发性有机溶剂有害人体健康且易燃,应注意在通风橱内进行操作,并防止与明火接触。

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、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。

5.3 外观检验

用烧杯盛少许样品,于自然光下观察判断是否符合标准描述。

5.4 水合肼含量的测定

5.4.1 方法提要

在试验溶液中加入硫酸生成稳定的硫酸肼,在碳酸氢钠存在下用碘标准滴定溶液滴定,以过量碘溶液的颜色出现指示终点。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 碳酸氢钠;

5.4.2.2 硫酸溶液,1+5;

5.4.2.3 碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right)$ 约为 0.1 mol/L。

5.4.3 分析步骤

用带有磨口盖的称量瓶称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,全部移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取表 2 规定体积的试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水、1 mL 硫酸溶液。振荡下加入碳酸氢钠直至不再溶解(约 1 g),摇匀。用碘标准滴定溶液滴定,溶液出现微黄色并保持 1 min 不消失即为终点。同时做空白试验。

表 2 移取试验溶液体积表

产品规格	100 %	80 %	55 %	40 %
移取试验溶液体积/mL	10	10	15	20

5.4.4 结果计算

5.4.4.1 水合肼含量以水合肼(N₂H₄·H₂O)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 10^{-3} \times M / 4}{m V_1 / 250} \times 100 = \frac{6.25(V - V_0) c M}{m V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V——试验溶液消耗的碘标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₀——空白试验溶液消耗的碘标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₁——移取的试验溶液体积的数值,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——试料质量的数值,单位为克(g);
- M——水合肼(N₂H₄·H₂O)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=50.07)。

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 %。

5.5 不挥发物含量的测定

5.5.1 仪器和设备

- 5.5.1.1 瓷坩埚:50 mL;
- 5.5.1.2 电热恒温干燥箱:可控温在 105℃~110℃。

5.5.2 分析步骤

用已于 105℃~110℃干燥至质量恒定的 50 mL 瓷坩埚称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g。置于水浴上蒸发至干。再于 105℃~110℃下干燥至质量恒定。保留瓷坩埚和残渣 A 用于铁含量及重金属含量试验用。

5.5.3 结果计算

不挥发物的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m₁——瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m₂——瓷坩埚和残渣质量的数值,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 0.004 %。

5.6 铁含量的测定

5.6.1 方法提要

将不挥发物含量测定后的残渣于 600℃下灼烧去有机物,用盐酸溶液溶解。用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁,在 pH2~9 时,二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色配合物,于分光光度计最大吸收波长 510 nm 处测量其吸光度。由工作曲线查出铁含量并计算试样中的铁含量。

5.6.2 试剂和材料

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

5.6.3 仪器和设备

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.6.4 工作曲线的绘制

按 GB /T 3049—2006 的 6.3 的规定绘制工作曲线。

5.6.5 分析步骤

5.6.5.1 试验溶液 A 的制备

将保留的残渣 A 连同坩埚于 600℃下灼烧 10 min。冷却后,用 2 mL 盐酸溶液(1+1)及少量水溶

解残渣,全部转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于铁含量及重金属含量的测定。

5.6.5.2 空白试验溶液的制备

量取 2 mL(1+1)盐酸溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.5.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A 和同体积的空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中。按 GB/T 3049—2006 第 4.4 条的规定,从“必要时,加水至 60 mL”开始进行操作。

5.6.6 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:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 1\,000 \times 20/100} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{2m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——根据测得的试验溶液的吸光度从工作曲线上查出的铁质量的数值,单位为毫克(mg);
- m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁质量的数值,单位为毫克(mg);
- m ——5.5.2 条试料质量的数值,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 %。

5.7 重金属含量的测定

5.7.1 方法提要

在弱酸性介质中,重金属离子与硫化氢反应,溶液呈棕黄色。与同样操作的标准溶液比较,确定重金属含量。

5.7.2 试剂

- 5.7.2.1 盐酸溶液:1+1;
- 5.7.2.2 无水乙酸钠溶液:200 g/L;
- 5.7.2.3 饱和硫化氢水;
- 5.7.2.4 铅标准溶液:每毫升溶液含铅(Pb) 0.01 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

5.7.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL 溶液 A,置于 50 mL 比色管中,加 2 mL 乙酸钠溶液,摇匀。加 10 mL 新制备的饱和硫化氢水,摇匀。颜色不得深于同时处理的铅标准比色溶液。

铅标准比色溶液的制备:在 50 mL 比色管中,加入 2.50 mL 铅标准溶液,加水至 25 mL,然后与试验溶液同时同样处理。

5.8 氯化物含量的测定

5.8.1 离子色谱法

按 HJ/T 84—2001 规定的方法测定以 Cl 计的氯化物含量。具体测定操作参考附录 A。

5.8.2 比浊法(仲裁法)

5.8.2.1 方法提要

在硝酸介质中,氯离子与硝酸银生成氯化银浑浊液,与同样操作的标准溶液比较,确定氯化物含量。

5.8.2.2 试剂

- 5.8.2.2.1 硝酸:1+2 溶液;
- 5.8.2.2.2 硝酸银:20 g/L 溶液;
- 5.8.2.2.3 氯化物标准溶液:每毫升溶液含氯(Cl) 0.01 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至

刻度,摇匀。该溶液只限当日使用。

5.8.2.3 分析步骤

称取 10 g 试样,精确至 0.1 g,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。用移液管移取一定体积的上述溶液,置于 50 mL 比色管中,加入 10 mL 硝酸溶液,再加水至 25 mL。加 1 mL 硝酸银溶液,摇匀,放置 15 min。与标准比浊溶液进行比较。

标准比浊溶液的制备:在一系列 50 mL 比色管中分别加入 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氯化物标准溶液,与试样同时同样处理。

5.8.2.4 结果计算

氯化物含量以(Cl) 的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{cV_0 \times 10^{-3}}{mV_1/100} \times 100 = \frac{10cV_0}{mV_1} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_0 ——与试验溶液浊度相当的标准比浊溶液中氯化物标准溶液的加入量的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取样品溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氯化物标准溶液浓度的准确数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.9 硫酸盐含量的测定

5.9.1 离子色谱法

按 HJ/T 84—2001 规定的方法测定以 SO_4 计的硫酸盐含量。具体推荐测定操作参考附录 A。

5.9.2 比浊法(仲裁法)

5.9.2.1 方法提要

在微酸性条件下,硫酸根与氯化钡生成硫酸钡沉淀使试液浑浊。与同样操作的标准溶液比较,确定硫酸盐含量。

5.9.2.2 试剂

5.9.2.2.1 乙醇;

5.9.2.2.2 盐酸溶液:1+1;

5.9.2.2.3 氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) 溶液:100 g/L;

5.9.2.2.4 硫酸盐标准溶液:每毫升溶液含硫酸盐(SO_4)0.1 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求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。

5.9.2.3 仪器和设备

5.9.2.3.1 瓷坩埚:100 mL。

5.9.2.4 分析步骤

用干燥的 100 mL 瓷坩埚称取 50.0 g 试样,精确至 0.2 g。置于沸水浴上蒸发至干。用水将残留物冲洗转移至 50 mL 比色管中。用盐酸中和至中性(用精密 pH 试纸检验),用水稀释至 25 mL,加入 0.5 mL 盐酸、3 mL 乙醇、2 mL 氯化钡溶液,摇匀,放置 10 min。与标准比浊溶液进行比较,浊度不得深于标准。

标准比浊溶液是移取 2.5 mL 硫酸盐标准溶液,与试样同时同样处理。

5.10 总有机碳(TOC)的测定

按 HJ/T 501—2009 规定的差减法测定总有机碳(TOC)的含量。具体推荐测定操作参考附录 B。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的全部项目为出厂检验项目,应逐批进行检验。

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类别的工业水合肼为一批。每批不超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 或 GB/T 6680 中规定的采样技术确定采样单元数。用玻璃采样管从每桶取样口采样,生产企业可以直接从储罐中直接采样。共取出不少于 500 g 试样,置于清洁干燥的聚乙烯或玻璃瓶中。混合均匀后分装两瓶。瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、等级、批号和生产日期。一瓶供分析检验用,另一瓶作为保留样品,保留时间由取样方根据实际需要确定。

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

6.5 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。

7 标志、标签

7.1 工业水合肼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、规格、净含量、批号或生产日期和本标准编号及 GB 190—2009 所规定的“腐蚀物质”标志、GB/T 191—2008 所规定的“怕晒”标志。标签应符合 GB 15258 规定的编写要求。

7.2 每批出厂的工业水合肼都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、规格、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。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业水合肼包装采用聚乙烯塑料桶或用内衬聚乙烯胆的铁桶,每桶净含量为 200 kg 或由供需双方协商。也可采用不锈钢桶包装或专用槽车灌装。

8.2 工业水合肼不得与氧化剂、植物纤维混贮,并应贮存在阴凉干燥处。

8.3 工业水合肼不得与氧化剂、植物纤维混运,运输中避免日晒。

附 录 A
(资料性附录)
离子色谱法测定氯化物和硫酸盐

A.1 氯化物含量的测定

A.1.1 方法原理

使用阴离子色谱柱、电导率检测器的液相离子色谱仪以及外标的积分方法来检测样品中的氯离子含量。

A.1.2 试剂

A.1.2.1 碳酸钠(GB 1255):优级纯。

A.1.2.2 碳酸氢钠(GB/T 640):优级纯。

A.1.2.3 氯化钠(GB 1253):基准试剂。

A.1.3 仪器

A.1.3.1 离子色谱仪:

代表型号为 Waters432 的液相离子色谱仪。主要由 432 电导率检测器、515HPLC 泵及 IC-PAK 阴离子柱、进样系统、柱温箱、抑制器等部分组成的离子色谱仪(IC)。

A.1.4 分析步骤

A.1.4.1 流动相的配制

流动相的配制按下列步骤进行:

- 1)准确称取 12.72 g 碳酸钠,用水定容于 500 mL 容量瓶中,振荡,摇匀,制得溶液(1);
- 2)准确称取 12.6 g 碳酸氢钠,用水定容于 500 mL 容量瓶中,振荡,摇匀,制得溶液(2);
- 3)分别移取 8 mL 溶液(1)和 6 mL 溶液(2)于 1 000 mL 的容量瓶,用水稀释至刻度,定容,过滤,振荡超声。

A.1.4.2 工作曲线的绘制

工作曲线的绘制按下列步骤进行:

- 1)准确称取 0.164 g 氯化钠基准试剂于 100 mL 容量瓶中,得 1 000 mg/L Cl^- 的浓溶液;再取 1 mL 的浓溶液于 200 mL 的容量瓶中,可得 5 mg/L 的 Cl^- 标准溶液;

2)检测标样:注入 2 次或多次标样,记录待测组分的保留时间和峰面积,并保存谱图文件(注:直至连续两次的氯离子峰面积的标准偏差 $\text{SD}<2\%$ 时,停止进标样),待标样测试完成之后,根据标准曲线的建立步骤,选择相应的参数,输入标样浓度,色谱软件自动建立工作曲线,曲线以峰面积为横坐标,对应的组分离子浓度为纵坐标,最后保存曲线。

A.1.4.3 试样溶液的制备

用移液管准确移取表 A.1 中规定体积的试样溶液加入到用超纯水冲洗干净的 50 mL 容量瓶中并用超纯水定容摇匀。

表 A.1 移取试样溶液体积

产品规格	100 %	80 %	64 %	55 %	40 %	35 %	24 %
移取试样溶液体积/mL	5	5	5	5	10	10	10

A.1.4.4 试样测定

按仪器操作规程开启仪器,严格控制操作条件,待仪器基线稳定后方可测定,使用一次性塑料注射器,从容量瓶中吸取约(1~2) mL 样品,慢慢进样,进样过程中避免气泡。

A. 1. 4. 5 结果计算

水合肼中的氯离子含量是以氯离子(Cl^-)质量分数 w_5 计,数值以%表示,由离子色谱仪自动计算结果再乘以稀释倍数或使用式(A. 1)计算:

$$w_5 = \frac{AcK}{A_{\text{标}}} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A. 1})$$

式中:

- A——实际测得的氯离子峰面积;
- c——氯离子的标样浓度;
- $A_{\text{标}}$ ——标样中氯离子的峰面积;
- K——所测样品溶液的稀释倍数。

A. 2 硫酸盐(以 SO_4 计)含量的测定

A. 2. 1 方法原理

使用阴离子色谱柱、电导率检测器的液相离子色谱仪以及外标的积分方法来检测样品中的硫酸根离子含量。

A. 2. 1. 1 试剂

A. 2. 1. 2 碳酸钠(GB 1255): 优级纯。

A. 2. 1. 3 碳酸氢钠(GB/T 640): 优级纯。

A. 2. 1. 4 硫酸钠: 基准试剂。

A. 2. 2 仪器

同本标准 A. 1. 3 条。

A. 2. 3 分析步骤

A. 2. 3. 1 流动相的配制

同本标准 A. 1. 4. 1 条。

A. 2. 3. 2 标准曲线的绘制

标准曲线的绘制按下列步骤进行:

- 1)准确称取 0. 147 9 g 硫酸钠基准试剂于 100 mL 容量瓶中,得 1 000 mg/L 的 SO_4^{2-} 的浓溶液;再取 1 mL 的浓溶液于 200 mL 的容量瓶中,可得 5 mg/L 的 SO_4^{2-} 标准溶液;
- 2)检测标样:同 A. 1. 4. 2 的 2)。

A. 2. 3. 3 试样溶液的制备

同本标准 A. 1. 4. 3 条。

A. 2. 3. 4 试样测定

同本标准 A. 1. 4. 4 条。

A. 2. 4 结果计算

水合肼中的硫酸根离子含量是以硫酸根离子(SO_4^{2-})质量分数 w_6 计,数值以%表示,由离子色谱仪自动计算结果再乘以稀释倍数或使用式(A. 2)计算:

$$w_6 = \frac{AcK}{A_{\text{标}}} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A. 2})$$

式中:

- A——实际测得的硫酸根离子峰面积;
- c——硫酸根离子的标样浓度;
- $A_{\text{标}}$ ——标样的硫酸根离子峰面积;
- K——所测样品溶液的稀释倍数。

附录 B

(资料性附录)

总有机碳(TOC)含量的测定

B.1 原理

TC 测定原理:载气在预先填充氧化催化剂并加热至 680 °C 的燃烧管中流通,样品注入燃烧管内后,样品中的 TC 燃烧或分解为 CO_2 。含 CO_2 等燃烧生成物的载气,由燃烧管向除湿器移动,进行冷却、除湿。然后通过卤素脱除器到达非散射型红外线气体分析部(NDIR)的测量池,检测 CO_2 。NDIR 的检测信号峰面积与 TC 浓度成正比,因此可测定样品中的 TC 浓度。

IC 测定原理:IC 反应器中的 IC 反应液呈酸性,载气形成小气泡通过。当样品进入 IC 反应器,其中的 IC 与之反应产生 CO_2 ,使用 NDIR 进行检测。测定样品中的 IC 浓度。仪器根据 TC 与 IC 的差值可给出 TOC 数值。

B.2 仪器和设备

B.2.1 TOC 分析仪:岛津 TOC-VCPH;

B.2.2 移液管:5 mL;

B.2.3 容量瓶:100 mL。

B.3 测定步骤

B.3.1 样品处理

用移液管移取 5.00 mL 样品于一个 100 mL 的容量瓶中,然后用无离子水定容,混匀。

B.3.2 仪器操作步骤

1)开启载气钢瓶阀门,调节减压阀使压力为 0.5 MPa(0.4 MPa~0.6 MPa)。

2)检查仪器外的稀释用水、磷酸、盐酸有足够的剩余量;控制载气以 150 mL/min 的流量流动,确认冷凝水瓶内的冷凝管的下端不漏载气;检查加湿器的水位,应在 L0 和 Hi 之间;检查 IC 溶液是否冒泡,如不冒,说明仪器有漏气存在,应检查纠正;所有确认无误后,再开机。

3)打开主机前右下方的电源开关;打开电脑和 TOC-control V 软件的主菜单。

4)按仪器说明使 TOC 与计算机联机并进行自检(等待大约 30 min)。仪器门上的绿色灯亮,表示主机已就绪,可以进行样品测定。

5)若要建立标准曲线,则先从“New”中选择“Calibration Curve”建立标准样品曲线模板(按 B.3.3 条);若要做未知样品,则先从“New”中选择“Method”,建立方法模板,若已建立好所需模板,则跳过此步骤;按要求建立“数据库模板”并命名,使分析数据长时间存储。

6)进入样品测定模式。建立新的样品表,选好存储路径和文件后,选择确认,则所测数据将自动进入数据库;根据测定需要,输入样品名和 ID 号,确认使用的校正曲线,输入单位、进样次数和 SD、CV 等参数。

7)将进样管插入样品中,开始测定。从“View”中选择“Sample Window”,可实时看到样品出峰情况。分析结束,仪器自动给出样品的 TOC 结果,同时自动保存结果。根据设定的次数进行重复测定操作。

8)整个测定结束后按仪器说明进行关机操作。

B.3.3 标准曲线的绘制

B.3.3.1 标准溶液的配制

1) TC 标准溶液的配制 称取 2.125 g 邻苯二甲酸氢钾(在 103 °C 温度下烘干 1 h 并冷却),溶解

后移入 1 L 的容量瓶中,用超纯水定容并混匀后,即得 1 000 mg/L 的 TC 标准浓溶液。然后根据需要配制所需浓度的稀溶液。

2) IC 标准溶液的配制 称取 3.50 g 的碳酸氢钠(在干燥器内干燥 2 h) 和 4.41 g 无水碳酸钠(经 280 °C ~290 °C 温度下烘干 1 h,在干燥器内冷却),溶解后移入 1 L 的容量瓶中,用超纯水定容并混匀后,即得 1 000 mg/L 的 IC 标准浓溶液。然后根据需要配制所需浓度的稀溶液。

B. 3. 3. 2 曲线绘制

根据样品中 TC 和 IC 的预计含量范围,从低到高分别选取 5 个 TC 和 IC 的标样浓度点,配制相应的标准溶液;在曲线绘制模式下 (Calibration Curve),在“ No. of ”、“ No of washes: ”、“ SD Max: ”、“ CV Max: ”项下输入相应参数;输入各点的标样浓度。

根据预先设定的顺序依次将进样管插入配制的相应标准溶液,根据操作说明完成数据采集。根据情况选择重复或进行下一步。

直至所有标样测量完毕后,可打开所做标准曲线的文件模板,选择标准曲线类型后,点击 “graph” 查看,如 $r^2 \geq 0.999$ 即达到要求,否则重做直至符合要求。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工 业 水 合 肼

HG/T 3259—2012

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数 23 千字

2013 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·1283

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。

版权所有 违者必究