

ICS 71.060.50
G 12
备案号:34580—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3584—2011
代替 HG/T 3584—1999

硼氢化钾

Potassium borohydride

2011-12-20 发布

2012-07-01 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。

本标准代替 HG/T 3584—1999《硼氢化钾》。本标准与 HG/T 3584—1999 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 删去了等级划分(见 4.2,1999 年版的 3.2);
- 修改了硼氢化钾的指标,由原来的一级品不小于 96.0%,合格品不小于 95.0%,修改为不小于 97.0%(见 4.2,1999 年版的 3.2);
- 修改了指标项目名称“水分”为“干燥减量”,指标值由原来的一级品、合格品不大于 0.5%修改为不大于 0.3%(见 4.2,1999 年版的 3.2);
- 修改了硼氢化钾含量测定中试样的称样量和碘化钾的加入量(见 5.4,1999 年版的 4.1);
- 修改了干燥减量的测定仪器(见 5.5,1999 年版的 4.2);
- 增加了 20 kg、30 kg 或按客户要求的包装净含量的规定,并规定最大包装净含量不超过 400 kg(见 8.1,1999 年版的 6.3)。

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会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、上海申宇医药化工有限公司、南通鸿志化工有限公司。

本标准主要起草人:杨裴、范国强、厉文豪、张国慧、钱兵荣、李小保。

硼氢化钾

1 范围

本标准规定了硼氢化钾的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存及安全要求。

本标准适用于主要作为医药中间体、农药、香料及其他精细化工产品的还原剂和含汞废水处理的硼氢化钾。

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 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 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:KBH₄

相对分子质量:53.94(按2007年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色结晶状粉末。

4.2 硼氢化钾按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项目	指标
硼氢化钾(KBH ₄)w/%	≥ 97.0
干燥减量 w/%	≤ 0.3

5 试验方法

5.1 警告

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。

5.2 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、试剂和制品,在没有注明其他规定时,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 硼氢化钾含量的测定

5.4.1 方法提要

试样与定量加入的碘酸钾标准溶液反应,过量的碘酸钾在酸性介质中与碘化钾反应析出碘,析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 碘化钾;

5.4.2.2 氢氧化钠溶液:40 g/L;

5.4.2.3 硫酸溶液:1+8;

5.4.2.4 碘酸钾溶液: $c(1/6KIO_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$;

5.4.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$;

5.4.2.6 淀粉指示液:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 0.199 5 g~0.200 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 洁净的烧杯中,迅速用氢氧化钠溶液溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液反复洗涤烧杯三次,洗涤液也移入容量瓶中,最后用氢氧化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 该溶液,置于 250 mL 碘量瓶中,再用移液管移入 50 mL 碘酸钾溶液,振摇 30 s;加入 2.5 g 碘化钾摇动使其溶解,再加入 10 mL 硫酸溶液,摇匀,立即加塞,用水封口,暗处放置 15 min;用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色时,加入 2 mL~3 mL 淀粉指示液,继续滴定溶液至无色即为终点。

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。

5.4.4 结果计算

硼氢化钾的含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1)cM \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

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);

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);

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 试料质量的数值,单位为克(g);

M 硼氢化钾($1/8KBH_4$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=6.743$)。

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 0.30 %。

5.5 干燥减量的测定

5.5.1 方法提要

快速水分测定仪首先称量样品质量,然后由内置的卤素/红外加热单元对样品快速加热,程序结束后干燥减量值被最终锁定显示。

5.5.2 仪器设备

快速水分测定仪:卤素/红外加热型,称量精度 0.001 g。

5.5.3 分析步骤

将快速水分测定仪干燥温度设定在 110 °C~120 °C 范围内,快速称取 3 g~4 g 样品,均匀分布在样

品盘中。启动测试程序,待测试自动结束后读取测定结果。

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 检验规则

6.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目。

6.2 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硼氢化钾产品为一批,每批产品不超过5 t。

6.3 按GB/T 6678的规定的采样技术确定采样单元数。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100 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、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。

6.4 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。

6.5 按GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 硼氢化钾产品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、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及GB 190—2009规定的“遇水放出易燃气体的物质”标签及GB/T 191—2008中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的硼氢化钾产品应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号(或生产日期)和本标准编号。

8 包装、运输和贮存

8.1 硼氢化钾产品采用铁桶或符合安全要求的其他材料包装。内包装采用牛皮纸袋内衬双层聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于0.08 mm。聚乙烯塑料薄膜袋用聚丙烯捆扎绳或与其质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口,牛皮纸袋用缝包机封口,无跳线或漏缝现象。包装规格为15 kg、20 kg、30 kg或按客户需求包装,但最多不超过400 kg。

8.2 硼氢化钾产品运输时应有遮盖物,轻装、轻卸,防止雨淋、受潮和暴晒,不得与酸类、醇类及其他氧化剂和食用化学品混装混运。运输时运输车辆应配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏,应远离火种、热源。车辆运输完毕应进行彻底清扫。铁路运输时应禁止溜放。

8.3 硼氢化钾产品应贮存在通风干燥处,远离火种、热源。保持容器密封。防止雨淋受潮,不得与酸类、醇类及其他氧化剂和食用化学品混贮。采用防爆型照明、通风设施。禁止使用易产生火花的机械设备和工具,贮存区应有合适的容器收容泄漏物。

9 安全要求

9.1 涉及硼氢化钾的反应装置应配备标准的防爆、释压设施,并进行良好接地。

9.2 硼氢化钾遇湿分解时有氢气形成,故在空气覆盖下遇明火会燃烧爆炸。在贮存硼氢化钾处灭火剂一定要采用干粉化学灭火剂;切勿使用水或泡沫灭火。

中华人民共和国

化工行业标准

硼氢化钾

HG/T 3584—2011

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 $\frac{1}{2}$ 字数7千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1098

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