

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27355—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3585—2009

代替 HG/T 3585—1999

工业硼氢化钠

Sodium borohydride for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 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 3585—1999《液体硼氢化钠》。

本标准与 HG/T 3585—1999 相比主要差异如下：

- 将标准名称修改为《工业硼氢化钠》；
- 增加固体硼氢化钠产品、检验方法、包装规格；
- 本标准纠正了原标准中硼氢化钠水溶液碱度测定方法中的计算公式错误；
- 本标准根据产品特性和测定技术的发展增加了干燥减量的测定方法；
- 本标准修改了包装规格；
- 本标准增加了安全要求。

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：中海油天津化工研究设计院、上海申宇医药化工有限公司、张家港市金源生物化工有限公司、湖北来凤恒发医药化工公司。

本标准主要起草人：范国强、厉文豪、张国慧、朱建周、李从民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 3585—1999。

工业硼氢化钠

1 范围

本标准规定了硼氢化钠产品的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于由氢化钠和硼酸甲酯为原料生产的硼氢化钠。该产品主要用作制造硼氢化钾及用于医药中间体生产、农药香料及其他精细化工产品的还原剂,也可用于造纸漂白、含汞废水处理及贵重金属回收等。

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 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—2008 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滴定溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:NaBH₄
相对分子质量:37.83(按2007年国际相对原子质量)

4 分类

本标准根据产品存在形态将硼氢化钠产品分为两类:
1类:固体硼氢化钠;2类:硼氢化钠溶液。

5 要求

5.1 外观

固体硼氢化钠应为白色结晶状粉末;硼氢化钠溶液为无色或淡黄色的液体。

5.2 硼氢化钠应符合表1的要求。

表1 硼氢化钠产品要求

指标项目	固体硼氢化钠指标		硼氢化钠溶液 指标
	优等品	一等品	
硼氢化钠 w/% ≥	98.0	97.0	11.80~12.20
干燥减量 w/% ≤	0.3	0.3	—
氢氧化钠 w/%	—	—	30.0~44.0

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毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

6.2 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 规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,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。

6.3 外观检验

在自然光线下,对照实样观察检查固体硼氢化钠应为白色结晶粉状,无结块现象。硼氢化钠溶液为无色或淡黄色的液体。

6.4 硼氢化钠含量测定

6.4.1 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进行滴定。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 碘化钾。

6.4.2.2 氢氧化钠溶液:40 g/L。

6.4.2.3 硫酸溶液:1+4。

6.4.2.4 碘酸钾标准溶液: $c(\frac{1}{6}\text{KIO}_3)$ 约为 0.25 mol/L。

配制:准确称取碘酸钾 8.917 g,溶解于 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀备用。

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

6.4.2.6 淀粉指示液:10 g/L。

6.4.3 分析步骤

称取约 0.5 g 固体样品,精确至 0.000 2 g。置于 50 mL 的烧杯中,用氢氧化钠溶液溶解后,转移入 250 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液定容。移取 10 mL 溶液,置于 250 mL 碘量瓶中(液体样品:称取硼氢化钠溶液约 0.18 g~0.20 g,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 碘量瓶中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液混匀),加入 35.00 mL 碘酸钾溶液,振摇 30 s,再加入 2 g 碘化钾,溶解,摇匀。加入 10 mL 硫酸溶液,立即加塞,用蒸馏水封口,放置暗处 2 min~3 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的游离碘。至溶液显淡黄色时,加入约 1 mL 淀粉指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至无色。

注:测定后立即清洗容量瓶。

6.4.4 结果计算

6.4.4.1 固体硼氢化钠含量以硼氢化钠(NaBH_4)质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) \times M / 1\,000}{m \times 10 / 250} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——加入碘酸钾标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——碘酸钾($\frac{1}{6}\text{KIO}_3$)标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——硫代硫酸钠标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硼氢化钠($\frac{1}{8}\text{NaBH}_4$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=4.729$);

m ——固体试样的质量的数值,单位为克(g)。

6.4.4.2 液体产品硼氢化钠含量以硼氢化钠(NaBH_4)质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) \times M / 1\,000}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中:

V_1 ——加入碘酸钾标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——碘酸钾($\frac{1}{6}\text{KIO}_3$)标准溶液准确浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)标准溶液准确浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硼氢化钠($\frac{1}{8}\text{NaBH}_4$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=4.729$);

m ——液体试样的质量的数值,单位为(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 %。

6.5 干燥减量的测定

6.5.1 原理

水分测定仪在测量样品质量的同时,红外加热单元和水分蒸发通道快速干燥样品。在干燥过程中,水分仪持续测量并即时显示样品丢失的水分含量。干燥程序完成后,最终测定的干燥减量值被锁定显示。

6.5.2 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。

6.5.3 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~5 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 %。

6.6 氢氧化钠含量的测定

6.6.1 方法提要

将试样溶于水,以甲基红为指示液,用硫酸标准滴定溶液滴定,记录硫酸标准滴定溶液的总消耗量。扣除硼氢化钠自身消耗的硫酸标准滴定溶液量,确定产品中氢氧化钠含量。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 硫酸标准滴定溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 0.5 mol/L;

6.6.2.2 甲基红指示剂。

6.6.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,置于加入 25 mL 蒸馏水的锥形瓶中。加 2 mL 甲基红指示剂,以硫酸标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为红色即为终点。

6.6.4 结果计算

氢氧化钠含量以氢氧化钠(NaOH)质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{VcM_1 / 1\,000}{m} \times 100 - \frac{w_2 M_1}{M_2} \quad (3)$$

式中:

V ——消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸($\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M_1 ——氢氧化钠(NaOH)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=40.0$);

M_2 ——硼氢化钠(NaBH_4)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=37.83$);

w_2 ——6.4.4.2条测得的硼氢化钠含量,以%表示;

m ——试样的质量的数值,单位为(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0.2%。

7 检验规则

7.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目。

7.2 每批产品不超过10 t。

7.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。每一固体产品包装单元采样时,用取样器分别从包装的上、中、下三部分各取等量样品,并迅速装入干燥洁净的样品瓶内混匀。共取出不少于100 g的样品,将所取样品混匀后,立即分装于两个清洁干燥的样品包装中;每一液体产品包装单元采样时,充分搅匀包装中的液体。用取样管插入液面10 cm下,取出不少于100 mL的样品,将所取样品混匀后,立即分装于两个清洁的塑料瓶中。密封样品包装,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。一份用于检验,另一份保存三个月备查。生产厂可在包装线上自动取样或包装封口前采样。

7.4 硼氢化钠由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

7.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果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定试验结果是否符合本标准。

8 标志和标签

8.1 硼氢化钠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、GB 190—2009规定的腐蚀性物质标志;固体硼氢化钠包装上应有GB 190规定的遇水放出易燃物质标志以及GB/T 191—2008中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输和贮存

9.1 固体硼氢化钠采用铁桶或符合安全要求的其他材料包装。内包装用双层聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于0.08 mm。包装规格为50 kg、40 kg、30 kg、25 kg、10 kg或按客户需求包装。

9.2 硼氢化钠溶液采用塑料桶或符合安全要求的其他材料包装。包装规格为1 325 kg、1 000 kg、250 kg、25 kg。

9.3 硼氢化钠运输时应有遮盖物,避免长久地暴露于空气或潮气下。远离明火、酸类和氧化剂类物质。

9.4 硼氢化钠应置于干燥、良好通风之处,远离明火、酸类和氧化剂类物质;包装完整的硼氢化钠可按要求堆放;硼氢化钠保质期为12个月。

10 安全要求

10.1 硼氢化钠溶液与皮肤接触或摄入会造成灼伤和刺激,处置硼氢化钠时一定要穿戴防护服、橡胶手套、安全眼镜和面罩。

10.2 涉及硼氢化钠的反应装置应配备标准的防爆、释压设施,并进行良好接地。

10.3 硼氢化钠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。在贮存硼氢化钠处灭火一定要用干粉化学灭火剂,切勿使用水或泡沫灭火。

中华人民共和国

化工行业标准

工业硼氢化钠

HG/T 3585—2009

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11千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0803

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