

HG

中华人民共和国化工行业标准

有机化工产品

(2002)

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

ICS 71.080.30

备案号:10961—2002

HG/T 3266—2002

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3266—1988 《工业硫脲》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3266—1988。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人:楼霁、顾顺兴。

本标准于 1988 年 5 月首次发布。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业用硫脲

Thiourea for industrial use

HG/T 3266—2002

代替 HG/T 3266—1988

1 范围

本标准规定了工业用硫脲的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于以氰氨化钙及硫化氢为原料制得的硫脲。该产品主要用作医药中间体和染料、树脂工业的原料。

分子式: $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$

结构式:



相对分子质量: 76.12(按 1999 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 617—1988 化学试剂 熔点范围测定通用方法(neq ISO 6353-1 : 1982 GM 25.2)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6679—1986 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)

GB/T 7531—1987 有机化工产品灰分的测定

3 要求

3.1 外观:白色结晶。

3.2 工业用硫脲的质量应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
硫脲含量, %	≥ 99.0	98.5	98.0
加热减量, %	≤ 0.40	0.50	1.0
水不溶物含量, %	≤ 0.02	0.05	0.10
硫氰酸盐(以 CNS 计)含量, %	≤ 0.02	0.05	0.10
熔点, °C	≥ 171	170	—
灰分, %	≤ 0.10	0.15	0.30

4 试验方法

试验方法中所用试剂为分析纯试剂, 所用的水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验方法中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 硫脲含量的测定

4.1.1 原理

在碱性条件下, 硫脲与碘进行定量反应, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。



4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸溶液: 1+2。

4.1.2.2 氢氧化钠溶液: 40 g/L。

4.1.2.3 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

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

4.1.2.5 淀粉指示液: 5 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g), 置于 500 mL 容量瓶中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀, 吸取 20.00 mL 注入碘量瓶中, 准确加 50 mL 碘标准溶液, 20 mL 氢氧化钠溶液, 于暗处放置 10 min, 加 100 mL 水及 10 mL 盐酸溶液, 摇匀, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 近终点时, 加 3 mL 淀粉指示液, 继续滴定至溶液蓝色消失即为终点。

同时做空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫脲含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.009\ 515 \times 100}{m \times \frac{20}{500}} = \frac{(V_1 - V_2)c \times 23.7875}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.009 515——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的

硫脲的质量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.2%。

4.2 加热减量的测定

4.2.1 仪器、设备

称量瓶：外径 60mm，瓶高 30mm。

4.2.2 分析步骤

称取约 5 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于预先在 105~110℃ 干燥至质量恒定的称量瓶中，于 105~110℃ 干燥 4.5 h，冷却后称量。

4.2.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的加热减量 X_2 ，按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： m ——干燥前试样的质量，g；

m_1 ——干燥后试样的质量，g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.02%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 仪器、设备

玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5~15 μm 。

4.3.2 分析步骤

称取约 10 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，在沸水浴上保温 1h。用已于 105~110℃ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用 150 mL 热水洗涤滤渣，并将带有滤渣的玻璃砂坩埚于 105~110℃ 干燥 3 h。冷却后称量。

4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_3 按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_1 ——玻璃砂坩埚的质量，g；

m_2 ——滤渣和玻璃砂坩埚的质量，g。

m ——试样的质量，g。

两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.005%。

4.4 硫氰酸盐含量的测定

4.4.1 试剂和材料

4.4.1.1 乙醇(95%)。

4.4.1.2 盐酸溶液：1+2。

4.4.1.3 硫酸铁铵溶液：100 g/L。

4.4.1.4 不含硫氰酸盐的硫脲。

称取约 100 g 硫脲，置于 500 mL 烧杯中，加入 300 mL 水，加热溶解，过滤，迅速冷却，析出结晶，用玻璃砂坩埚抽滤，用 100 mL 乙醇分两次洗涤。将结晶溶于 100 mL 水中，按上述方法再行处理后得到第二次结晶。将第二次结晶溶于 50 mL 水中，按上述方法再行处理后得到第三次结晶。第三次的结晶于 105~110℃ 干燥 2 h 即得。

4.4.1.5 硫氰酸盐杂质标准溶液：1 mL 溶液含有 0.1 mg CNS。

4.4.2 分析步骤

4.4.2.1 标准色阶的配制

分别吸取硫氰酸盐杂质标准溶液 2 mL、5 mL、10 mL 于 50 mL 比色管中,加入 1.0 g 不含硫氰酸盐的硫脲(精确至 0.01 g),加入 20 mL 水溶解,加入 0.2 mL 盐酸溶液及 0.1 mL 硫酸铁铵溶液,稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.2 试样的测定

称取约 1.0 g 试样(精确至 0.01 g),置于 50 mL 比色管中,加入 20 mL 水溶解后与标准色阶同样处理,与标准色阶轴向比较,不得深于相应的标准色阶。

4.5 熔点的测定

按 GB/T 617 执行。

取其初熔温度报告结果。

4.6 灰分的测定

试样量为约 5 g,灼烧温度为 $(850 \pm 25)^\circ\text{C}$,灼烧时间为 0.5 h。其他按 GB/T 7531 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.02%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目均为型式检验项目,其中硫脲含量、加热减量、水不溶物含量、熔点、灰分为出厂检验项目。在正常情况下,每个月至少进行一次型式检验。

5.2 工业用硫脲应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,内容包括产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号或生产日期及本标准编号。

5.3 工业用硫脲以每班次生产量为一批。

5.4 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 确定采样单元数,采样技术应符合 GB/T 6679 的规定。将所采样品混匀后,按四分法缩分至约 200 g,分别装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶中。贴上标签并注明产品名称、产品等级、批号、采样日期及采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶密封保留两个月备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合标准要求时,应重新自两倍数量的包装单元中采样进行复验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合标准要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业用硫脲用内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋包装。每袋净含量 $(25 \pm 0.2)\text{kg}$ 或根据用户要求包装。

6.2 工业用硫脲包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括产品名称、商标、生产厂名、厂址、净含量、批号、本标准编号和 GB 191 规定的“怕雨”标志。

6.3 工业用硫脲运输时应防潮。

6.4 工业用硫脲贮存在阴凉、干燥、通风的仓库内。