

备案号:3872—1999

HG/T 3454—1999

前 言

本标准是在化工行业标准 HG/T 3454—1976《化学试剂 硫脲》的基础上修订的。

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。分析纯非等效采用美国化学协会 ACS(1993)标准《硫脲》。

本标准与 ACS 的主要差异如下:

——本标准比 ACS 标准多水不溶物和硫氰酸盐;少熔点和对铋灵敏度;灼烧残渣严于 ACS 标准。

——本标准干燥失重与 ACS 标准试验方法相同。除含量、硫氰酸盐、干燥失重的试验方法外,其他项目采用我国已制定的化学试剂通用试验方法标准。

本标准与 HG/T 3454—1976 的差异为:

增加了干燥失重;取消了对硒灵敏度试验。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3454—1976。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位:西安化学试剂厂。

本标准主要起草人:江莉、卫文红。

本标准于 1960 年首次发布,于 1976 年修订。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3454—1999

化学试剂 硫脲

代替 HG/T 3454—1976

Chemical reagent—Thiourea

示性式: H_2NCSNH_2

相对分子质量: 76.12 (根据 1995 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂硫脲的要求、试验方法、检验规则、包装及标志。

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/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

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 619—1988 化学试剂 采样及验收规则

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

GB/T 9738—1988 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB/T 9741—1988 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

GB 15346—1994 化学试剂 包装及标志

HG/T 3484—1999 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准

3 性状

本试剂为无色结晶,溶于水 and 乙醇。

4 规格

硫脲的规格见表 1。

表 1 硫脲的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
硫脲含量(H_2NCSNH_2), %	≥ 99.0	98.0
澄清度试验	合 格	合 格
水不溶物, %	≤ 0.002	0.01
干燥失重, %	≤ 0.5	—
灼烧残渣(以硫酸盐计), %	≤ 0.005	0.02
硫氰酸盐(以 CNS 计), %	≤ 0.005	0.01

国家石油和化学工业局 1999-06-16 批准

2000-06-01 实施

5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量。

5.1 硫脲含量

称取 0.5 g 样品(精确至 0.000 1 g),置于 500 mL 容量瓶中,溶于水,稀释至刻度。取 20.00 mL,注入碘量瓶中,加 50.00 mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2I_2)=0.1 \text{ mol/L}$]、40 g/L 氢氧化钠溶液 20 mL,摇匀,于暗处放置 10 min。加 100 mL 水及 20% 盐酸溶液 10 mL,摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定,近终点时,加 10 g/L 淀粉指示液 3 mL,继续滴定至溶液蓝色消失。

取 20 mL 水,同时做空白试验。

以质量百分数表示的硫脲含量(X)按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 9.515}{m(20/500) \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——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浓度, mol/L;

9.515——硫脲的摩尔质量 [$M(1/8H_2NCSNH_2)$], g/mol;

m ——样品的质量, g。

5.2 澄清度试验

称取 10 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的下列澄清度标准:

分析纯.....4 号;

化学纯.....6 号。

5.3 水不溶物

称取 50 g 样品,溶于 500 mL 水中,在水浴上保温 1 h 后,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.4 干燥失重

称取 1.5 g 样品(精确至 0.000 1 g),置于已在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中,于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至质量恒定。

以质量百分数表示的干燥失重(X)按式(2)计算:

$$X(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——干燥前样品的质量, g;

m_2 ——干燥质量恒定后样品的质量, g。

5.5 灼烧残渣

称取 20 g 样品,按 GB/T 9741—1988 中 4.1 的规定测定。结果按 GB/T 9741—1988 中第 5 章的规定计算。

5.6 硫氰酸盐

5.6.1 不含硫氰酸盐的硫脲的制备

称取 100 g 样品,加 300 mL 水,加热溶解、过滤,迅速冷却,结晶。用玻璃滤坩过滤,用 100 mL 乙醇(无水乙醇)洗涤,再用乙醇(无水乙醇)洗涤二次,每次用 50 mL。将结晶溶于 100 mL 水中,按上法重复处理。将第二次结晶溶于 50 mL 水中,再按上法重复处理即得。

5.6.2 测定方法

称取 0.5 g 样品,溶于 20 mL 水中,加 20% 盐酸溶液 0.2 mL 及 100 g/L 硫酸铁铵溶液 0.1 mL,摇匀。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取 0.5 g 不含硫氰酸盐的硫脲及含下列数量的硫氰酸盐标准溶液:

分析纯.....0.025 mg CNS;

化学纯.....0.050 mg CNS。

与样品同时同样处理。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。
