

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2527—93

工业氨基磺酸

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氨基磺酸的技术要求、试验方法、检验规则及对标志、包装、运输和贮存的要求。

本标准适用于以尿素法制得的工业氨基磺酸。该产品可用于化工、建筑、轻纺、食品、军工等部门作为金属电镀、除垢剂、稳定剂、磺化剂、阻燃剂等的原料。

分子式： $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$

相对分子质量：97.09（按1989年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 技术要求

工业氨基磺酸应符合表1所规定的要求：

表 1

| 项 目 | 指 标 | | |
|--|---------|---------|------|
| | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 外观 | 无色或白色结晶 | 无色或白色结晶 | 白色粉末 |
| 氨基磺酸($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)含量, % \geq | 99.5 | 98.0 | 92.0 |
| 硫酸盐(SO_4), % \leq | 0.4 | 1.0 | — |
| 水不溶物, % \leq | 0.02 | — | — |
| 铁(Fe)含量, % \leq | 0.01 | | — |
| 干燥失量, % \leq | 0.2 | — | — |

中华人民共和国化学工业部1993-09-08批准

1994-07-01实施

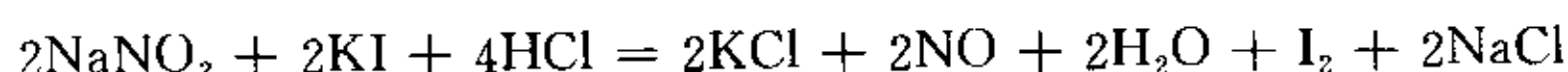
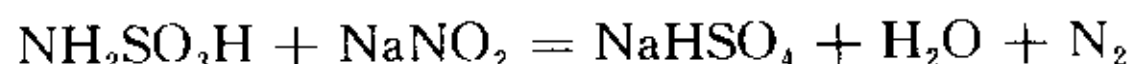
4 试验方法

本标准中所用的试剂和水,除特殊规定外,均为分析纯试剂和符合 GB/T 6682规定的三级水。

4.1 氨基磺酸含量的测定

4.1.1 方法提要

在酸性溶液中,氨基磺酸与亚硝酸钠作用,以淀粉碘化钾为指示剂。



4.1.2 试剂和溶液

4.1.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

4.1.2.2 亚硝酸钠(GB/T 633)标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601规定配制并标定,或按下法标定:

称取0.5 g于120℃烘至恒重的基准无水对氨基磺酸,精确至0.000 1 g。加2 mL氨水溶解,加200 mL水及20 mL盐酸。将装有配制好的亚硝酸钠溶液的滴管下口插入溶液内约10 mm处,在搅拌下于15~20℃进行滴定,近终点时,将滴管的尖端提出液面,用少量水淋洗尖端,洗液并入溶液中,继续慢慢滴定,直至加入滴定液搅拌后,用玻璃棒沾取一滴反应液在淀粉碘化钾试纸上,应出现浅色斑点,经过5 min后,用同样方法试验仍出现浅蓝色斑点,即为终点。

4.1.2.3 淀粉-碘化钾试纸:按 GB/T 603配制。

4.1.3 分析步骤

称取3 g试样,精确至0.000 1 g,溶于250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

准确吸取上述试液25 mL,放入250 mL烧杯中,加10 mL盐酸溶液,用水稀释至100 mL,在常温下用亚硝酸钠标准滴定溶液缓缓滴定,直至玻璃棒沾取一滴溶液于淀粉-碘化钾试纸上刚显蓝色,继续搅拌1 min,再沾取一滴溶液,使蓝色在试纸上保持1 min,不消失为终点。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氨基磺酸($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)百分含量 X_1 ,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V \cdot c \times 0.097\ 09}{m_1 \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m_1 ——试样的质量, g;

0.097 09——与1.00 mL亚硝酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaNO}_2)=1.000\text{ mol/L}$]相当的,以克表示的氨基磺酸的质量。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的绝对误差值不大于0.6%。

4.2 硫酸盐的测定

4.2.1 方法提要

在酸性条件下,氯化钡与硫酸盐生成硫酸钡,进行比浊测定。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液: $c(\text{HCl})=3\text{ mol/L}$ 。

4.2.2.2 氯化钡(GB/T 652)溶液:250 g/L。

4.2.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL含硫酸根0.1 mg,按 GB/T 602第4.28.1条配制。

4.2.3 仪器设备

4.2.3.1 具塞玻璃比色管,容积50 mL。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 称取1 g 试样,精确至0.01 g,溶于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

4.2.4.2 准确吸取上述备用试液10 mL 于比色管内,依次加入1 mL 盐酸溶液和3 mL 氯化钡溶液,并加水稀释至50 mL,摇匀,放置20 min。

4.2.4.3 准确吸取硫酸盐标准溶液(对于优等品氨基磺酸为4 mL,对于一等品氨基磺酸为10 mL),于比色管内与试液(4.2.4.2)同时同样处理。

4.2.4.4 在黑色背景下,目视比较试液(4.2.4.2)和标准(4.2.4.3)所呈浊度。试液所呈浊度不得大于标准浊度为合格。

4.3 水不溶物的测定

4.3.1 方法提要

试样经水溶解后,不溶性残渣经过洗涤,过滤,烘干及称量,即可求出水不溶物的含量。

4.3.2 仪器设备

4.3.2.1 烘箱;

4.3.2.2 4号玻璃滤坩,孔径5~15 μm ;

4.3.2.3 干燥器。

4.3.3 分析步骤

称取10 g 试样,精确至0.01 g,搅拌下溶于约125 mL 水中,然后用预先恒重的玻璃滤坩过滤,用40~50℃热水洗涤,以 pH 试纸检查滤液至 pH 为7时为止。将带有残渣的玻璃滤坩放入烘箱内,在105~110℃下烘至恒重。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_2 ,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_0}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_0 ——水不溶物残渣质量, g;

m_2 ——试样质量。

4.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.005%。

4.4 铁含量的测定

4.4.1 方法提要

见 GB/T 3049第2条。

4.4.2 试剂和溶液

按 GB/T 3049第3条规定配制,其中第3.7条改为盐酸羟胺(GB/T 6685):10 g/L 溶液。

4.4.3 仪器设备

用 GB/T 3049第4条。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 工作曲线的制作

a. 标准显色溶液的制备:

往6个100 mL 容量瓶中,按表2所示,分别加入每毫升含有0.010 mg 铁的铁标准溶液。

表 2

| 铁标准溶液用量, mL | 对应铁质量, μg |
|-----------------|----------------------|
| 0 ¹⁾ | 0 |
| 2.00 | 20 |
| 5.00 | 50 |
| 7.50 | 75 |
| 10.00 | 100 |
| 12.50 | 125 |

注: 1) 试剂空白溶液。

b. 显色:

按 GB/T 3049 第 5.3.2 条规定手续进行, 其中“加 2.5 mL 抗坏血酸溶液”改为“加 2.5 mL 盐酸羟胺溶液”。

c. 吸光度的测定:

在 510 nm 波长处, 用 1 cm 或 3 cm (视样品中铁含量) 吸收池, 以水为参比, 将分光光度计的吸光度调整到零后, 测出标准显色溶液的吸光度。

d. 绘制工作曲线:

同 GB/T 3049 第 5.3.4 条。

4.4.4.2 测定

a. 显色:

称取 1 g 试样, 精确至 0.001 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加 60 mL 水溶解, 用氨水溶液调整 pH 约为 2, 用精密 pH 试纸检验 pH。将溶液全部移到 100 mL 容量瓶中, 然后按 4.4.4.1b 条“加 2.5 mL 盐酸羟胺溶液……”以下手续进行。

b. 吸光度的测量:

按 4.4.4.1c 条手续, 以水为参比, 测量上述试液的吸光度。

4.4.4.3 空白试验

在测定试液的同时, 用同样的手续, 同样数量的试剂, 但不加试样, 做空白试验。

4.4.5 分析结果的表述

从试液的吸光度值(4.4.4.2)减去空白试验的吸光度值(4.4.4.3)根据所得吸光度的差值从工作曲线(4.4.4.1)查出对应的铁质量。

以质量百分数表示的铁(Fe)含量 X_3 , 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_0 \times 10^{-3}}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_0 ——根据所测试液的吸光度, 从工作曲线上查得的铁的质量, mg;

m_3 ——试样质量, g。

4.4.6 允许差

取平行测定的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.006%。

4.5 干燥失量的测定

4.5.1 方法提要

试样经烘箱干燥, 至恒重, 用天平称量, 计算含量。

4.5.2 仪器设备

4.5.2.1 称量瓶:扁型。

4.5.2.2 烘箱:可控制在 $70\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.5.3 分析步骤

称取10 g 试样,精确至0.01 g,置于预先干燥至恒重的称量瓶中,轻轻摇动称量瓶,使样品均匀地平铺在称量瓶中,放入 $70\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内干燥至恒重。

4.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的干燥失量 X_4 ,按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_0}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_0 ——干燥前后的质量差值, g;

m_4 ——试样质量, g。

4.5.5 允许差

取平行测定的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

5 检验规则

5.1 工业氨基磺酸应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业氨基磺酸符合本标准的要求。每批出厂的工业氨基磺酸都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、商标、等级、批号、净重、出厂日期、产品标准号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业氨基磺酸进行验收。

5.3 本产品规定当日生产之同一规格的成品数量为一批量。

5.4 检验用的样品,随机按桶取样,当总单元数小于500桶时,取样单元数的确定,可直接按GB/T 6678中第6.6.2条表2“选取采样单元数的规定”;如总单元数大于500桶时,取样单元数按产品总单元数立方根的三倍数—— $3 \times \sqrt[3]{N}$ (N 为总桶数)来确定,如遇小数则进为整数。

从选出的桶中,用取样工具,自包装袋的中心垂直插入料层的2/3处取样,取出样品的总量约2 kg,并混和均匀。然后用四分法缩分至约500 g,立即装入两个清洁、干燥带磨口的磨口瓶中,加盖密封,贴上标签,并注明生产厂厂名、产品名称、批号、取样日期和取样者姓名等。一瓶用于检验,另一瓶用于保留样。

5.5 检验结果中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取样核验,核验结果,即便只有一项指标不符合本标准要求时,整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

5.7 按照 GB 1250规定的修约值比较法判断检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂厂名、产品名称、商标、质量、等级、批号或生产日期、净重、本标准编号和 GB 190所规定的“腐蚀性物品”标志以及 GB 191所规定的“怕湿”标志。

6.2 工业氨基磺酸内包装采用聚乙烯塑料薄膜,袋口双层扎口或热合封口,应严密不漏。外包装采用铁桶包装。每桶净重25或50 kg。

6.3 工业氨基磺酸应装在铁路棚车或其他帘蓬带盖的交通工具内运输。

6.4 工业氨基磺酸应贮存于阴凉、干燥、通风仓库内,防止受潮。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由南京化学工业(集团)公司研究院归口。

本标准由南京化学工业(集团)公司研究院负责起草。

本标准主要起草人郭佩华、潘红月。