

备案号:2770—1999

HG/T 3585—1999

前 言

本行业标准依据国内企业标准规定。

本标准与现有企业标准相比有以下差异:

- 1 将标准改为液体硼氢化钠;
- 2 根据生产情况及用户的要求,将产品质量在现有企业标准的基础上分为两个型号;
- 3 硼氢化钠含量测定中的取样量作适当调整,增加了试验溶液的制备;
- 4 对产品的检验规则、标志、包装、运输、贮存进行了调整;
- 5 增加了安全要求。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机产品标准化技术归口单位归口。

本标准主要起草单位:化工部天津化工研究院、上海市申宇医药化工有限公司。

本标准主要起草人:陆思伟、张祖绍、滕绍云、厉文豪。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3585—1999

液体硼氢化钠

Liquid sodium borohydride

1 范围

本标准规定了硼氢化钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

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制药工业、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、含汞废水处理及贵金属回收等。

分子式:NaBH₄

相对分子质量:37.85(按1995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 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB 325—1991 200 L闭口钢桶

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 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 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 6680—1986 液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 3699:1987)

3 要求

3.1 外观:无色或淡黄色液体。

3.2 液体硼氢化钠应符合表1要求。

表1 要求

%

项 目	指 标	
	一 型	二 型
硼氢化钠(NaBH ₄)含量	≥ 5.0	12.0
碱度	≤ 32	40

4 试验方法

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中规定的三级水。

国家石油和化学工业局 1999-04-20 批准

2000-04-01 实施

试验中所用标准滴定溶液、试剂及制品在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

安全提示:本标准试验操作过程中用到强碱、强酸时,须小心谨慎。使用挥发性强酸时,应在通风橱中进行。

4.1 硼氢化钠含量的测定

4.1.1 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。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 碘化钾:

4.1.2.2 氢氧化钠溶液:0.5 mol/L;

4.1.2.3 硫酸溶液:1+8;

4.1.2.4 碘酸钾标准滴定溶液: $c(\text{KIO}_3)$ 约为 0.1 mol/L;

4.1.2.5 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;

4.1.2.6 淀粉指示液:10 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 3 g(一型)或 1 g(二型)试样(精确至 0.000 2 g),迅速置于 250 mL 烧杯中(烧杯中预先加入 100 mL 氢氧化钠溶液)溶解,移入 250 mL 容量瓶中,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,注入 250 mL 碘量瓶中,再用移液管移入 50 mL 碘酸钾标准滴定溶液,振摇 30 s,加 5 g 碘化钾及 10 mL 硫酸溶液,摇匀。瓶口水封,并于暗处放置 15 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时加入 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液蓝色消失。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硼氢化钠(NaBH_4)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V)c \times 0.004\ 729}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{4.729(V_1 - V)c}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定空白溶液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 ——试料的质量, g;

0.004 729——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000$ mol/L] 相当的以克表示的硼氢化钠的质量。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.2 碱度的测定

4.2.1 方法提要

将试样溶于水中,以甲基红为指示液,用硫酸标准滴定溶液滴定,根据硫酸标准滴定溶液的消耗量确定产品的碱度。

4.2.2 试剂和材料

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

4.2.2.2 甲基红指示液:1 g/L。

4.2.3 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于锥形瓶中,加 25 mL 水,5 滴甲基红指示液,用硫酸标准滴

定溶液滴定至红色,即为终点。同时作空白试验。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碱度(以 NaOH 计)(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V - V_0)c \times 0.040\ 00}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V ——滴定试验溶液消耗硫酸标准滴定溶液的体积, mL;
 V_0 ——滴定空白溶液消耗硫酸标准滴定溶液的体积, mL;
 c ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;
 m ——试料的质量, g;

0.040 00——与 1.00 mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碱度(以 NaOH 计)的质量。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 10 t。

5.3 按照 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。每一桶为一包装单元。采样时,从每个选取的包装单元中,按 GB/T 6680—1986 中 1.5.7a 规定的方法,取出不少于 500 mL 的样品,将所采样品混匀后。缩分至 200 mL,立即装入两个清洁干燥带橡胶塞的小口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为试验室样品,另一瓶保存三个月备查。

5.4 硼氢化钾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产品都符合本标准要求。检验结果如有一项指标不符合本标准时,应重新自两倍量的包装中采样核验,核验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

5.5 按 GB/T 1250—1989 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 硼氢化钠包装桶上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、型号、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190 中规定的“腐蚀品”标志和 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的硼氢化钠都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、型号、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。

6.3 硼氢化钠包装采用闭口钢桶,钢桶性能和检验方法应符合 GB 325 的规定。该产品每桶净重 200 kg。

6.4 硼氢化钠包装,将产品灌装入钢桶,盖好桶盖,密封。

6.5 硼氢化钠在运输过程中应轻装轻卸,防止撞击,防止日晒、雨淋,不得与酸类物质及氧化剂等物质混运。

6.6 硼氢化钠应贮存在阴凉、干燥通风处,防止雨淋,不得与酸类物质及氧化剂类等物质混贮。

7 安全要求

硼氢化钠失火时,用大量的水灭火,也可用砂土或干粉灭火器。