

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3258—1990《工业二氧化硫脲》进行修订而成。

本标准与 HG/T 3258—1990 的主要技术差异：

——二氧化硫脲的结构式不同于 HG/T 3258 中二氧化硫脲的同分异构体甲脒亚磺酸的结构式。

——产品由两个级别、不设优等品，改为设三个级别：优等品、一等品、合格品。

——铁含量指标不作为常规检验项目。

——对每批批量作了调整。

本标准于 1990 年首次发布。

本标准自实施之日起，同时代替 HG/T 3258—1990。

本标准由原国家和石油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无机化工分会归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院、山东烟台达斯特克化工有限公司、中国石油天然气股份有限公司吉林石化分公司合成树脂厂、山东临沭县化工总厂。

本标准主要起草人：杨世传、许艳萍、王军强、张效、王瑞英、时洁。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3258—2001

工业 二 氧 化 硫 脲

代替 HG/T 3258—1990

Thiourea dioxide for industrial use

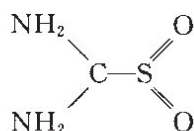
1 范围

本标准规定了工业二硫化硫脲的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于工业二硫化硫脲。该产品主要用于化工行业、化纤行业、纺织工业和造纸工业等。

分子式： $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$

相对分子质量：108.12(1999 年国际相对原子质量)

结构式：



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—1990 包装储运图示标志

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 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(eqv ISO 6685:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

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

3 要求

3.1 外观:白色粉状结晶

3.2 工业二硫化硫脲应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
二硫化硫脲($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$)的质量分数 $\geq$	99.0	98.0	96.0
硫脲($\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$)的质量分数 $\leq$	0.20	0.30	0.5

表 1(完)

%

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
硫酸盐(以 SO ₄ 计)的质量分数	≤ 0.17	0.17	0.27
铁(Fe)的质量分数	≤ 0.001	0.003	0.01
水分	≤	0.10	
注：硫酸盐含量指标为出厂时的保证值。			

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。

试验中所用标准滴定溶液、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。

提示:二氧化硫脒、硫脒、硫酸盐含量应控制在 20℃ 下进行,且需在称样后立即测定。

4.1 二氧化硫脒含量的测定

4.1.1 方法提要

在弱碱性溶液中,二氧化硫脒、硫脒与碘进行定量反应,剩余的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液返滴定,从计算结果中减掉硫脒含量得出二氧化硫脒的含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 碳酸氢钠溶液:10 g/L。

4.1.2.2 硫酸溶液:1+8。

4.1.2.3 碘标准滴定溶液: $c(1/2\text{I}_2)$ 约为 0.1 mol/L。

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

4.1.2.5 淀粉指示剂:5 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 烧杯中,加水溶解。全部转移到 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 15 mL 试验溶液置于 250 mL 碘量瓶中,再用移液管移入 25 mL 碘标准滴定溶液,并快速加入 50 mL 碳酸氢钠溶液,立即盖好瓶塞,水封,在暗处放置 10 min 后,用水冲洗瓶塞,加入 10 mL 硫酸溶液。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色,加入 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失且保持 1 min 即为终点。

同时进行空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量分数表示的二氧化硫脒($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1)c \times 0.027\ 03}{m \times \frac{15}{250}} \times 100 - 1.420X_2 = \frac{45.05(V_0 - V_1)c}{m} - 1.420X_2 \quad \dots\dots(1)$$

式中: V_0 ——滴定空白试验溶液消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定试验溶液消耗的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;

0.027 03——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] 相当的以克表示的二氧化硫脒的质量;

1.420——硫脒换算为二氧化硫脒的系数;

m ——试样质量, g;

X_2 ——按 4.2 测出的硫脲含量, %。

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 0.2%。

4.2 硫脲含量的测定

4.2.1 方法提要

试样中的硫脲与碘发生氧化还原反应, 以淀粉作指示剂, 用碘标准滴定溶液直接滴定。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸溶液: 1+1。

4.2.2.2 碘标准滴定溶液: $c(1/2I_2)$ 约为 0.1 mol/L。

4.2.2.3 淀粉指示剂: 5 g/L。

4.2.3 仪器、设备

微量滴定管: 分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL。

4.2.4 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2g), 置于 250 mL 碘量瓶中, 加入 50 mL 水, 50 mL 盐酸溶液, 使试样完全溶解, 再加入 5 mL 淀粉指示剂, 立即用碘标准滴定溶液滴定至浅蓝色即为终点。

4.2.5 分析结果的表述

以质量分数表示的硫脲(CH_4N_2S)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V_c \times 0.07612}{m} \times 100 = \frac{7.612V_c}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的碘标准滴定溶液的体积, mL;

c ——碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.07612——与 1.00 mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2I_2) = 1.0 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硫脲的质量。

4.2.6 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 0.05%。

4.3 硫酸盐含量的测定

4.3.1 方法提要

在盐酸介质中, 硫酸根与钡离子生成白色细微的硫酸钡沉淀, 采用目视比浊法, 与标准溶液比较。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸溶液: 1+4。

4.3.2.2 氯化钡溶液: 50 g/L。

4.3.2.3 硫酸盐标准溶液: 1 mL 溶液含 0.100 mg SO_4 。

4.3.3 仪器、设备

比色管: 50 mL。

4.3.4 分析步骤

称取 1.0 g 试样(精确至 0.001 g), 置于 100 mL 烧杯中, 加水立即溶解, 移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。用定性滤纸干过滤(试验溶液和滤液临用前制备), 弃去前 10 mL 滤液, 用移液管移取 10 mL 滤液, 置于比色管中, 加入 1 mL 盐酸溶液、5 mL 氯化钡溶液, 用水稀释至 50 mL, 摇匀, 放置 10 min, 其浊度不得大于标准。

标准比浊溶液的制备: 对于优等品、一等品, 用移液管移取 1.70 mL 硫酸盐标准溶液。对于合格品, 用移液管移取 2.70 mL 硫酸盐标准溶液。分别置于两个比色管中, 与试验溶液同时同样处理。

4.4 铁含量的测定

4.4.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.4.2 试剂和材料

硫酸溶液:1+1;

其他同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

4.4.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

4.4.4 工作曲线的绘制

使用 3 cm 的吸收池,取相应体积的铁标准溶液,按 GB/T 3049—1986 中 5.3 的规定绘制工作曲线。

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 试验溶液的制备

称取约 2 g(合格品称量约 1 g)试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸溶液,使试样溶解,在沙浴上(或电热板上)蒸发至近干,冷却,用约 40 mL 水溶解残渣。

4.4.5.2 空白试验溶液的制备

在制备试验溶液的同时,除不加试样外,其他操作和加入的试剂量与制备试验溶液同时同样处理。

4.4.5.3 测定

在盛有试验溶液和空白试验溶液的两个 100 mL 烧杯中,按 GB/T 3049—1986 中 5.4 的规定,从“必要时,加水至 50 mL”开始进行操作。

4.4.6 分析结果的表述

以质量分数表示的铁(Fe)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{(m_2 - m_1)}{10m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_2 ——从工作曲线上查出的试验溶液的铁含量,mg;

m_1 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液的铁含量,mg;

m ——试样的质量,g。

4.4.7 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 0.000 5%。

4.5 水分的测定

4.5.1 仪器、设备

4.5.1.1 真空干燥箱:能控制在 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$,真空度为 $8 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 9.3 \times 10^4 \text{ Pa}$ 。4.5.1.2 称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

4.5.2 分析步骤

用预先在 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 和在 $8 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 9.3 \times 10^4 \text{ Pa}$ 的真空度下恒重的称量瓶内,称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于真空干燥箱中,于 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 和 $8 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 9.3 \times 10^4 \text{ Pa}$ 的真空度下干燥至恒重。

4.5.3 分析结果的表述

以质量分数表示的水分(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m ——干燥前试样的质量,g;

m_1 ——干燥后试样的质量,g。

4.5.4 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 0.03%。

5 检验规则

5.1 本标准采用型式检验和常规检验。表 1 规定的工业二氧化硫脲所有五项指标为型式检验项目,在正常情况下三个月至少进行一次型式检验。二氧化硫脲、硫脲、硫酸盐、水分为常规检验项目,应逐批检验。

5.2 每批产品不超过 60 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。生产厂可在包装线上自动取样或包装封口前采样。

5.4 工业二氧化硫脲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二氧化硫脲都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业二氧化硫脲进行验收,验收应在到货之日算起的两个月内进行。

5.6 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,复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 工业二氧化硫脲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、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕热”、“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业二氧化硫脲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、等级、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。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业二氧化硫脲有内衬双层聚乙烯塑料袋的铁桶、纤维板桶或塑料编织袋包装,袋口或桶口严密封口,每桶(袋)净含量 25 kg、40 kg 和 50 kg。

7.2 工业二氧化硫脲在运输过程中应有遮盖物,轻装、轻卸,防止包装损坏,防止雨淋、受潮。

7.3 工业二氧化硫脲应贮存于干燥、阴凉通风的仓库内,不得露天堆放,应避免日光照射,受热,雨淋或受潮,避免与碱性物质混贮,以防止剧烈分解。