

ICS 71.060.30
G 11
备案号:34566—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2527—2011
代替 HG/T 2527—1993

工业氨基磺酸

Sulfamic acid for industrial use

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2527—1993《工业氨基磺酸》，与 HG/T 2527—1993 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 对技术指标的等级和部分项目的指标值进行了调整(见第 3 章,1993 年版的第 3 章)；
- 增加了重金属的要求和试验方法(见第 3 章和 4.8)；
- 增加了外观的试验方法(见 4.2)；
- 修改了测定氨基磺酸、硫酸盐、铁质量分数的分析步骤的内容(见 4.3.3、4.4.4 和 4.6.4,1993 年版的 4.1.3、4.2.4 和 4.4.4)；
- 修改了测定水不溶物、铁、干燥失量质量分数的允许差的规定(见 4.5.4、4.6.4.3 和 4.7.4,1993 年版的 4.3.5、4.4.6 和 4.5.5)；
- 修改了包装的规定(见 6.2,1993 年版的 6.2)；
- 增加了安全的规定(见第 7 章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC63/SC7)归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、南京金彰实业有限公司、莱州金兴化工有限责任公司、无锡阳恒化工有限责任公司。

本标准主要起草人：冯俊婷、贺艳、邹薇、邹惠玲、邱爱玲、薛小红、盛海燕。

本标准于 1993 年 9 月首次发布，本次为第一次修订。

工业氨基磺酸

警告——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者应严格按照有关规定正确使用,并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了工业氨基磺酸的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和安全。
本标准适用于尿素法制得的工业氨基磺酸。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

工业氨基磺酸按产品质量分为优等品和合格品,技术指标应符合表1的规定。

表1 工业氨基磺酸技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	无色或白色晶体	无色或白色晶体
氨基磺酸(NH ₂ SO ₃ H)的质量分数/%	≥ 99.5	99.0
硫酸盐(以SO ₄ ²⁻ 计)的质量分数/%	≤ 0.05	0.20
水不溶物的质量分数/%	≤ 0.02	—
铁(Fe)的质量分数/%	≤ 0.005	0.01
干燥失重的质量分数/%	≤ 0.1	—
重金属(以Pb计)的质量分数/%	≤ 0.001	—

注:指标中的“—”表示该类别产品的技术要求中没有此项目。

4 试验方法

4.1 通则

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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 的规定制备。

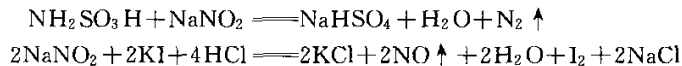
4.2 外观的测定

通过目视测定。

4.3 氨基磺酸质量分数的测定

4.3.1 原理

在酸性溶液中,亚硝酸钠与氨基磺酸反应,以淀粉-碘化钾为外指示剂判断终点。反应方程式为:



4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸溶液:1+1。

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

称取约 0.5 g 于 120 °C 干燥至恒重的基准无水对氨基苯磺酸,精确至 0.000 1 g。加 2 mL 氨水溶解,加 200 mL 水及 20 mL 盐酸。将装有亚硝酸钠标准滴定溶液(4.3.2.2)的滴定管尖端插入溶液内约 10 mm 处,在搅拌下于 15 °C~30 °C 快速滴定,近理论终点时,将滴定管的尖端提出液面,用少量水淋洗尖端,洗液并入溶液中,用玻璃棒沾取一滴溶液滴在淀粉-碘化钾试纸(4.3.2.3)上不出现紫色斑点,继续慢慢滴定,重复上述试纸试验,直至加入一滴标准滴定溶液搅拌后,用玻璃棒沾取一滴溶液滴在淀粉-碘化钾试纸上出现紫色斑点,继续搅拌 3 min,再沾取一滴溶液进行试验,试纸上仍出现紫色斑点为终点。

亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度 c ,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按公式(1)计算:

$$c = \frac{1\ 000m}{VM} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——无水对氨基苯磺酸的质量的准确数值,单位为克(g);

V ——亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——无水对氨基苯磺酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=173.19$)。

4.3.2.3 淀粉-碘化钾试纸。

4.3.3 分析步骤

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,用水溶解后,加入 20 mL 盐酸溶液(4.3.2.1),加水稀释至约 200 mL,将装有亚硝酸钠标准滴定溶液的滴定管尖端插入溶液内约 10 mm 处,在搅拌下于 15 °C~30 °C 用亚硝酸钠标准滴定溶液(4.3.2.2)快速滴定,近理论终点时,将滴定管的尖端提出液面,用少量水淋洗尖端,洗液并入溶液中,用玻璃棒沾取一滴溶液滴在淀粉-碘化钾试纸(4.3.2.3)上不出现紫色斑点,继续慢慢滴定,重复上述试纸试验,直至加入一滴标准滴定溶液搅拌后,用玻璃棒沾取一滴溶液滴在淀粉-碘化钾试纸上出现紫色斑点,继续搅拌 3 min,再沾取一滴溶液进行试验,试纸上仍出现紫色斑点为终点。

4.3.4 结果计算

氨基磺酸($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\ 000) \times cM}{m_0} \times 100 = \frac{VcM}{10m_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定消耗用的亚硝酸钠标准滴定溶液(4.3.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氨基磺酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=97.09$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.50%。

4.4 硫酸盐质量分数的测定

4.4.1 原理

在酸性条件下,氯化钡与硫酸根离子反应生成硫酸钡,形成的浑浊液与标准溶液所形成的浑浊液进行浊度比较,测定硫酸盐的质量分数。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 盐酸溶液:1+3。

4.4.2.2 氯化钡溶液:250 g/L。

4.4.2.3 硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.4.3 仪器

具塞玻璃比色管:容积50 mL。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 试液的制备

优等品称取4.0 g试样,合格品称取1.0 g试样,精确至0.01 g,置于100 mL烧杯中,用水溶解后转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.4.2 测定

量取10.00 mL试液(4.4.4.1)置于50 mL比色管中,于另一只50 mL比色管中加入2.00 mL硫酸盐标准溶液(4.4.2.3),用水稀释至约25 mL。

对比色管中的试液和标准溶液同时作下述处理:加入1 mL盐酸溶液(4.4.2.1)、3 mL氯化钡溶液(4.4.2.2),用水稀释至刻度,摇匀,静置20 min。

在黑色背景下,目视比较试液和标准溶液所呈浊度。试液所呈浊度不大于标准溶液所呈浊度为合格。

4.5 水不溶物质量分数的测定

4.5.1 原理

试料用水溶解后,不溶于水的残渣经过滤、洗涤、干燥及称量,即可求出水不溶物的质量分数。

4.5.2 仪器

4.5.2.1 恒温鼓风干燥箱:能控制温度105℃~110℃。

4.5.2.2 玻璃砂芯坩埚:4号,容积30 mL。

4.5.3 分析步骤

称取约10 g试样,精确至0.01 g,在搅拌下溶于约100 mL水中,然后用已预先于105℃~110℃恒重的玻璃砂芯坩埚(4.5.2.2)过滤,用40℃~50℃热水洗涤,直至用pH试纸检查滤液的pH值为7时止。将带有残渣的玻璃砂芯坩埚放入恒温鼓风干燥箱(4.5.2.1)内于105℃~110℃下干燥2 h,取出放在干燥器中冷却至室温,称量。继续干燥、冷却、称量,直至恒重。

4.5.4 结果计算

水不溶物的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——坩埚和残渣的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.004%。

4.6 铁质量分数的测定

4.6.1 原理

试料溶于水中,以盐酸羟胺还原溶液中的铁,在pH值为2~9的条件下,二价铁离子与1,10-菲罗啉反应生成橙色配合物,在510 nm波长处,对此配合物作吸光度测定。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 盐酸溶液:1+2。

4.6.2.2 盐酸羟胺溶液:10 g/L。

4.6.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5。

4.6.2.4 1,10-菲罗啉溶液:1 g/L。

称取0.10 g 1,10-菲罗啉,加少量水振摇至溶解,用水稀释至100 mL,避光保存。

4.6.2.5 氨水溶液:1+1。

4.6.2.6 铁(Fe)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.6.2.7 铁(Fe)标准溶液:10 μg/mL。

量取10.00 mL铁标准溶液(4.6.2.6)置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

4.6.3 仪器

分光光度计:具有510 nm波长。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 工作曲线的绘制

按表2所示,向六个100 mL容量瓶中分别加入铁标准溶液(4.6.2.7)。

表 2

铁(Fe)标准溶液体积 /mL	相应的铁质量 /μg
0 ^a	0
1.00	10
2.00	20
5.00	50
7.50	75
10.00	100

注:^a 为空白溶液。

对每只容量瓶中的溶液做下述处理:加水至约60 mL,加2.5 mL盐酸羟胺溶液(4.6.2.2)、10 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.6.2.3)、5 mL 1,10-菲罗啉溶液(4.6.2.4),用水稀释至刻度,摇匀,放置不少于15 min。

在分光光度计510 nm波长处,用3 cm吸收池,以空白溶液作参比,测量溶液的吸光度。

以所得的吸光度值为纵坐标,相应的铁质量为横坐标,绘制工作曲线或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

4.6.4.2 测定

称取 1 g~5 g 试样,精确至 0.000 1 g,使其相应的铁质量在 10 μg~100 μg 之间,置于 100 mL 烧杯中,加 60 mL 水溶解,用氨水溶液(4.6.2.5)调整 pH 值约为 2(用精密 pH 试纸检验 pH 值),将溶液全部转移到 100 mL 容量瓶中,然后按 4.6.4.1 中“加 2.5 mL 盐酸羟胺溶液……测量溶液的吸光度”的步骤进行。同时做空白试验。

注:1 g 氨基磺酸试样用水溶解后,调整 pH 值约为 2 需要加入约 1.4 mL 氨水溶液(4.6.2.5)。

4.6.4.3 结果计算

根据试液的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值所得的差值,从工作曲线上查得相应的铁的质量或用线性回归方程计算出铁的质量。

铁(Fe)的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铁的质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的相对偏差应不大于 30%。

4.7 干燥失重质量分数的测定

4.7.1 原理

试料在恒温鼓风干燥箱中于 70 °C ± 2 °C 干燥,称量其失去的质量即为干燥失重。

4.7.2 仪器

4.7.2.1 称量瓶:70 mm × 35 mm。

4.7.2.2 恒温鼓风干燥箱:能控制温度 70 °C ± 2 °C。

4.7.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.001 g,置于预先于 70 °C ± 2 °C 干燥至恒重的称量瓶(4.7.2.1)中,轻轻摇动称量瓶,使样品均匀地平铺在称量瓶中,置于恒温鼓风干燥箱(4.7.2.2)内于 70 °C ± 2 °C 干燥 2 h,取出放在干燥器中冷却至室温,称量。继续干燥、冷却、称量,直至恒重。

4.7.4 结果计算

干燥失重的质量分数 w_4 ,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——干燥前称量瓶和试料的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后称量瓶和试料的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.01%。

4.8 重金属质量分数的测定

4.8.1 原理

重金属离子与负二价硫离子在弱酸介质(pH 值为 3~4)中生成有色硫化物沉淀。重金属离子含量较低时,形成稳定的棕褐色悬浮液,重金属离子的浓度不同,形成的悬浮液浊度也不同,由此可用目视比浊法测定试液中重金属的质量。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 氨水溶液:1+1。

4.8.2.2 盐酸溶液:1+3。

4.8.2.3 乙酸盐缓冲溶液: pH≈3.5。

称取 25.0 g 乙酸铵,加 25 mL 水溶解,加 45 mL 盐酸溶液(1+1),用水稀释至 100 mL。

4.8.2.4 硫化钠溶液:称取 5.0 g 硫化钠,用含有 10 mL 水和 30 mL 丙三醇的混合溶液溶解。此溶液应遮光、加盖密闭保存于棕色瓶中,三个月内有效。

4.8.2.5 铅(Pb)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.8.2.6 铅(Pb)标准溶液:10 μg/mL。

量取 10.00 mL 铅标准溶液(4.8.2.5)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

4.8.2.7 酚酞指示液:10 g/L。

4.8.3 仪器

具塞玻璃比色管:容积 50 mL。

4.8.4 分析步骤

称取 2.0 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,用少量水溶解后转移至 50 mL 比色管中,用水稀释至约 25 mL。于另一只 50 mL 比色管中加入 2.00 mL 铅标准溶液(4.8.2.6),用水稀释至约 25 mL。

对比色管中的试液和标准溶液同时作下述处理:加 1 滴酚酞指示液(4.8.2.7),再不断滴加氨水溶液(4.8.2.1)至溶液刚显红色,然后滴加盐酸溶液(4.8.2.2)至红色刚刚褪去,加入 5 mL 乙酸盐缓冲溶液(4.8.2.3),摇匀。加入 2 滴硫化钠溶液(4.8.2.4),加水至刻度,摇匀,放置 10 min。

在白色背景下,目视比较试液和标准溶液所呈浊度。试液所呈浊度不大于标准溶液所呈浊度为合格。

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负责按批检验,一般以当日生产之同一规格的成品数量为一批,生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准的要求。每批出厂产品都应附有质量证明书,其内容包括:产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号和生产日期、本标准编号等。

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,核准其质量指标是否符合本标准的要求。当供需双方对产品质量发生异议时,应由有资质的检验机构仲裁检验。

5.3 检验用的样品,应随机采样。采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行。所取出样品的总量约为 2 kg,并混合均匀,然后用四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁、干燥的磨口瓶中,瓶上应贴有标签,注明产品名称、生产厂名、批号、采样日期、采样者姓名等。一瓶用于检验,一瓶作为保留样。

5.4 检验结果按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法判定是否符合本标准。若检验结果有一项指标不符合本标准的要求,应重新自两倍量的包装中或取样点上取样复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业氨基磺酸的包装容器上应有明显、牢固的标志,内容包括:产品名称、等级、生产厂名、厂址、商标、净含量、批号、生产日期、本标准编号和符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标志及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

6.2 工业氨基磺酸内包装采用聚乙烯塑料袋,袋口扎紧或热合封口,应严密不漏。外包装采用高密度塑料编织袋。每袋净含量 25 kg、500 kg 或 1 000 kg,或按用户要求进行包装。

6.3 工业氨基磺酸在运输过程中要盖严,防止日晒雨淋。

6.4 工业氨基磺酸应贮存于有顶盖的阴凉、干燥、通风良好的场所或仓库内,防止受潮,应与碱、氧化剂等分开存放。

7 安全

- 7.1 工业氨基磺酸低毒,具有腐蚀性,对皮肤和眼睛有一定的刺激作用,操作人员应穿戴好防护用具。
 - 7.2 氨基磺酸本身不会燃烧和爆炸,但遇火会释放出有毒气体,如 SO_2 、 SO_3 、 NH_3 等。其水溶液能灼伤眼睛,对鼻子、咽喉、皮肤都具有刺激作用,接触后应用大量水冲洗。
 - 7.3 工作环境禁止吸烟、进食和饮水,工作毕,淋浴更衣。
-

中华人民共和国

化工行业标准

工业氨基磺酸

HG/T 2527-2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数16千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1108

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究