

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T3585—XXXX
代替HG/T 3585-2009

工业硼氢化钠

Sodium borohydride for industrial use

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 3585-2009《工业硼氢化钠》。与HG/T 3585-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 修改了文件的适用范围（见第1章，2009年版的第1章）；
- 更改了固体硼氢化钠的指标要求、增加了硼氢化钠溶液的色度指标（见6.2，2009年版的5.2）；
- 更改了硼氢化钠含量测定中的称样量（见6.3.3，2009年版的6.4.3）；
- 增加了硼氢化钠溶液色度的测定方法（见7.6）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件于1999年首次发布，2009年第一次修订，本次为第二次修订。

工业硼氢化钠

警告：按GB 12268—2012第8章的规定，本产品属于第4.3类遇水放出易燃气体的物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业硼氢化钠的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。
本文件适用于工业硼氢化钠。

注：该产品主要用作制造硼氢化钾及用于医药中间体生产、农药香料、造纸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、储氢材料的原料及贵金属回收等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2008 包装储运图示标志

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位铂—钴色号）

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 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方法和判定

GB 12268—2012 危险货物品名表

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： NaBH_4

相对分子质量：37.83（按2018年国际相对原子质量）

5 分类

根据产品存在的形态将工业硼氢化钠产品分为两类：

- Ⅰ类：固体硼氢化钠；
- Ⅱ类：硼氢化钠溶液。

6 要求

- 6.1 外观：固体硼氢化钠为白色结晶状粉末，硼氢化钠溶液为无色或淡黄色液体。
- 6.2 工业硼氢化钠按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 技术要求。

表1 技术要求

项目	指标		
	Ⅰ类		Ⅱ类
	优等品	一等品	
硼氢化钠（NaBH ₄ ）w/%	≥98.5	≥97.5	11.80~12.20
干燥减量 w/% ≤	0.2	0.3	——
氢氧化钠 w/%	——		30.0~44.0
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位 ≤	——		30

7 试验方法

7.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1 、HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下，将固体置于白色衬底的表面皿或白瓷板上、液体置于比色管中，用目视法判定外观。

7.3 硼氢化钠含量的测定

7.3.1 原理

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滴定。

7.3.2 试剂或材料

- 7.3.2.1 碘化钾。
- 7.3.2.2 氢氧化钠溶液：40 g/L。
- 7.3.2.3 硫酸溶液：1+8。
- 7.3.2.4 碘酸钾溶液： $c(1/6\text{KIO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 7.3.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.6 淀粉指示液（10 g/L）。

7.3.3 试验步骤

7.3.3.1 固体试样试验步骤

称取约0.5 g的I类试样，精确至0.000 2 g，置于50 mL洁净的烧杯中，迅速加入约30 mL氢氧化钠溶液溶解后，转移至250 mL容量瓶中，用氢氧化钠溶液反复洗涤烧杯三次，洗涤液移入容量瓶中，最后用氢氧化钠溶液稀释至刻度，摇匀。

移取 5.00 mL 该溶液，置于 250 mL 碘量瓶中，再用移液管移入 50.00 mL 碘酸钾溶液，振摇 30 s；加入 2.5 g 碘化钾摇动使其溶解，再加入 10.0 mL 硫酸溶液，摇匀，立即加塞，用水封口，暗处放置 15 min；用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色时，加入 2 mL~3 mL 淀粉指示液，继续滴定溶液至无色即为终点。

同时进行空白试验，空白试验除不加试样外，其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

7.3.3.2 液体试样试验步骤

称取约 0.10 g 的 II 类试样，精确至 0.000 2g，置于预先加入 10 mL 氢氧化钠溶液的 250 mL 碘量瓶中，摇匀。

用移液管移入 50.00 mL 碘酸钾溶液，振摇 30 s；加入 2.5 g 碘化钾摇动使其溶解，再加入 10.0 mL 硫酸溶液，摇匀，立即加塞，用水封口，暗处放置 15 min；用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色时，加入 2 mL~3 mL 淀粉指示液，继续滴定溶液至无色即为终点。

同时进行空白试验，空白试验除不加试样外，其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

7.3.4 试验数据处理

7.3.4.1 固体硼氢化钠含量以硼氢化钠（NaBH₄）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot cM \times 10^{-3}}{m_1 \times 5/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m_1 ——I类试料质量的数值，单位为克（g）；

M ——硼氢化钠（1/8NaBH₄）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=4.729$ ）。

取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不大于 0.30 %。

7.3.4.2 硼氢化钠溶液含量以硼氢化钠（NaBH₄）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot cM \times 10^{-3}}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m_2 ——Ⅱ类试料质量的数值，单位为克（g）；

M ——硼氢化钠（ $1/8\text{NaBH}_4$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=4.729$ ）。

取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不大于 0.30 %。

7.4 干燥减量的测定

7.4.1 原理

由快速水分测定仪卤素/红外加热单元对样品加热，以干燥前后质量的差值由程序自动计算出干燥减量。

7.4.2 仪器设备

快速水分测定仪：卤素/红外加热型，称量精度 0.001 g。

7.4.3 试验步骤

将快速水分测定仪干燥温度设定在 110 °C~120 °C 范围内，快速称取 3 g~5 g 的 I 类试样，均匀分布在样品盘中。启动测试程序，待测试自动结束后读取测定结果。

取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不大于 0.02 %。

7.5 氢氧化钠含量的测定

7.5.1 原理

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，记录硫酸标准滴定溶液的总消耗量，扣除硼氢化钠自身消耗的硫酸标准滴定溶液的量，确定试样中氢氧化钠的含量。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.5\text{mol/L}$ 。

7.5.2.2 甲基红指示液（1 g/L）。

7.5.3 试验步骤

称取约 1 g 的Ⅱ类试样，精确至 0.000 2 g，置于已加入 25 mL 水的锥形瓶中，加入 2 mL 甲基红指示剂，用硫酸标准滴定溶液滴定溶液由黄色变为红色即为终点。

7.5.4 试验数据处理

氢氧化钠含量以氢氧化钠（NaOH）的质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{V \cdot cM_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% - \frac{w_2M_1}{M_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的硫酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——II类试料质量的数值，单位为克（g）；

w_2 ——7.3.4.2 测得的硼氢化钠含量的数值，以%表示；

M_1 ——氢氧化钠（NaOH）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1=40.0$ ）；

M_2 ——硼氢化钠（NaBH₄）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=37.83$ ）。

取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不大于 0.20 %。

7.6 色度的测定

按照GB/T 3143规定的方法进行测定。

8 检验规则

8.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目。

8.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一类型同一等级的工业硼氢化钠产品为一批，每批产品不超过 10 t。

8.3 按 GB/T 6678 的规定的采样技术确定采样单元数。液体产品采样方法：从均匀的液体硼氢化钠包装的上、中、下三点采样，取不少于 250 mL 的试样，立即装入两个清洁、干燥、带有盖子的塑料瓶中，密封。固体产品采样方法：将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 100 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中，密封。瓶或袋上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、类型、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保留时间由生产企业根据实际需要确定。

8.4 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

8.5 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

9 标志、标签

9.1 工业硼氢化钠产品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、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 190 规定的“遇水放出易燃气体的物质”标签及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业硼氢化钠产品应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号（或生产日期）、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输和贮存

10.1 固体硼氢化钠产品采用铁桶或符合安全要求的其它材料包装。内包装采用双层聚乙烯塑料薄膜袋，包装规格为 10 kg、20 kg、25 kg、50 kg 或按客户要求包装。

10.2 硼氢化钠溶液采用塑料桶、吨桶或符合要求的其他材料包装，包装规格 25 kg、60 kg、250 kg、1000 kg、1250 kg 或按客户要求包装。

10.3 工业硼氢化钠产品运输时应有遮盖物，轻装、轻卸，防止雨淋、受潮和暴晒，不得与酸类、醇类及其他氧化剂和食用化学品混装混运。运输时运输车辆应配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏，应远离火种、热源。车辆运输完毕应进行彻底清扫。铁路运输时应禁止溜放。

10.4 工业硼氢化钠产品应贮存在通风干燥处，远离火种、热源。保持容器密封。防止雨淋受潮，不得与酸类、醇类及其他氧化剂和食用化学品混贮。采用防爆型照明、通风设施。禁止使用易产生火花的机械设备和工具，贮存区应备有合适的容器收容泄漏物。
