

团 体 标 准

T/CIAD XXXX-XXXX

工业用盐酸肼

Industrial grade hydrazine hydrochloride

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国城乡发展国际交流协会

发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分子式与相对分子质量	1
5 技术要求	2
6 试验方法	2
7 检验规则	7
8 标志、标签、随行文件、包装、运输和贮存	8

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。

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。

本文件由陕西大美化工科技有限公司提出。

本文件由中国城乡发展国际交流协会归口。

本文件起草单位：陕西大美化工科技有限公司。

本文件主要起草人：×××

工业用盐酸肼

1 范围

本文件规定了工业用盐酸肼的分子式和相对分子质量、技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、随行文件、包装、运输和贮存的要求。

本文件适用于以肼和盐酸为主要原料合成制得的工业用盐酸肼的检验及应用。

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/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 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定卡尔·费休法(通用方法)
- 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和判定
- GB/T 30903 无机化工产品杂质元素的测定电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

工业用盐酸肼 hydrazine hydrochloride for industrial use

以肼和盐酸为主要原料经反应制得的，主要成分为单盐酸肼($N_2H_4 \cdot HCl$)或二盐酸肼($N_2H_4 \cdot 2HCl$)的白色结晶性粉末，具有强烈吸湿性，用于工业生产领域的无机化工产品。

3.2

主含量 main content

工业用盐酸肼中单盐酸肼（或二盐酸肼）的质量分数。

3.3

灼烧残渣 ignition residue

工业用盐酸肼经高温灼烧后剩余的不挥发杂质质量分数。

4 分子式与相对分子质量

应如表 1 中所示。

表 1 分子式与相对分子质量

产品类型	分子式	相对分子质量*
单盐酸胍	$N_2H_4 \cdot HCl$	68.50
二盐酸胍	$N_2H_4 \cdot 2HCl$	104.97

注：*按2021年国际相对原子质量

5 技术要求

5.1 外观

工业用盐酸胍外观应为白色结晶性粉末，应无可见机械杂质。

5.2 技术指标

应符合表 1 中的规定。

表 2 技术指标

项目	单盐酸胍	二盐酸胍
主含量（质量分数）/% \geq	98.0	99.0
熔点范围/°C	87.0 ~ 92.0	198.0 ~ 203.0
灼烧残渣（质量分数）/% \leq	0.10	0.05
氯化物（以 Cl^- 计，质量分数）/% \leq	0.50	0.20
硫酸盐（以 SO_4^{2-} 计，质量分数）/% \leq	0.05	0.03
水分（质量分数）/% \leq	1.0	0.5
铁（Fe）（质量分数）/% \leq	0.001	0.000 5
重金属（以 Pb 计）（质量分数）/% \leq	0.001	0.000 5

注：经供需双方协商，可对部分技术指标进行调整。

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682-2008 中规定的三级水。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 中的规定制备。

注：盐酸胍具有刺激性，试验过程中应佩戴防护手套、防护眼镜等防护用品，在通风橱内进行操作；避免与强氧化剂接触。

6.2 外观测定

在自然光下，将适量试样置于白色瓷盘中，用肉眼观察其颜色和是否存在可见机械杂质。

6.3 主含量测定

6.3.1 方法原理

盐酸胍为碱性化合物，在水溶液中可与盐酸标准滴定溶液发生中和反应。以甲基红-亚甲基蓝为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为紫红色，根据盐酸标准滴定溶液的消耗量计算主含量。

6.3.2 试剂和材料

应包括下列各项：

- a) 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ；
- b) 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂：将 1 g/L 甲基红乙醇溶液与 1 g/L 亚甲基蓝乙醇溶液按体积比 $2 : 1$ 混合。

6.3.3 仪器和设备

应包括下列各项：

- a) 分析天平：感量 0.1 mg ；
- b) 锥形瓶： 250 mL ；
- c) 移液管： 25 mL ；
- d) 滴定管： 50 mL ，分度值 0.1 mL 。

6.3.4 试验步骤

称取约 0.5 g （单盐酸胍）或 0.8 g （二盐酸胍）试样，精确至 0.0001 g ，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 水溶解，滴加 3 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为紫红色，且 30 s 内不褪色即为终点。同时做空白试验。

6.3.5 结果计算

单盐酸胍主含量以质量分数 ω_1 计，按公式（1）计算，二盐酸胍主含量以质量分数 ω_2 计，按公式（2）计算：

$$\omega_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times M_1}{m \times 1000} \times 100\% \quad \text{.....(1)}$$

$$\omega_2 = \frac{(V - V_0) \times c \times M_2}{m \times 1000} \times 100\% \quad \text{.....(2)}$$

式中：

V ——滴定试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_1 ——单盐酸胍的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1 = 68.50$ ）；

M_2 ——二盐酸胍的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2 = 104.97$ ）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

1000——单位换算系数。

6.3.6 允许差

6.3.6.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.3.6.2 平行测定结果的绝对差值为单盐酸胍不大于 0.2% ，二盐酸胍不大于 0.1% 。

6.4 熔点范围测定

应按 GB/T 617 中的规定进行测定。

6.5 灼烧残渣测定

6.5.1 方法原理

将试样置于已恒重的瓷坩埚中，低温炭化后，在高温下灼烧至恒重，通过称量残渣质量计算灼烧残渣含量。

6.5.2 仪器和设备

应包括下列各项：

- a) 瓷坩埚：50 mL；
- b) 马弗炉：可控温至（800 ± 20）℃；
- c) 干燥器：内装无水氯化钙或硅胶干燥剂；
- d) 分析天平：感量 0.1 mg。

6.5.3 试验步骤

将瓷坩埚置于马弗炉中，在（800 ± 20）℃ 下灼烧至恒重，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.000 1 g。称取约 10 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于已恒重的瓷坩埚中，先用小火缓慢炭化至无黑烟产生，再放入马弗炉中，在（800 ± 20）℃ 下灼烧 2 h。取出坩埚，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.000 1 g。重复灼烧至恒重（两次称量差值不大于 0.000 2 g）。

6.5.4 结果计算

灼烧残渣以质量分数 ω_3 计，按公式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- m_1 ——恒重后瓷坩埚的质量，单位为克（g）；
- m_2 ——灼烧后残渣与瓷坩埚的总质量，单位为克（g）；
- m ——试样的质量，单位为克（g）。

6.5.5 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 0.005%。

6.6 氯化物测定

6.6.1 方法原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成白色氯化银沉淀，与标准比浊溶液进行比较。

6.6.2 试剂和材料

应包括下列各项：

- a) 硝酸溶液：1 + 1；
- b) 硝酸银溶液：100 g/L；
- c) 氯化物标准溶液：1 mL 含 0.1 mg Cl^- ，按 GB/T 602 中的规定制备。

6.6.3 仪器和设备

应包括下列各项:

- a) 纳氏比色管: 50 mL;
- b) 分析天平: 感量 0.1 mg。

6.6.4 试验步骤

称取 1.0 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 50 mL 纳氏比色管中, 加入 20 mL 水溶解, 滴加 2 mL 硝酸溶液酸化, 再加入 1 mL 硝酸银溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀, 放置 10 min。同时, 取适量氯化物标准溶液 (单盐酸胍取 5.0 mL, 二盐酸胍取 2.0 mL) 置于另一支 50 mL 纳氏比色管中, 按相同步骤制备标准比浊溶液。在自然光下, 从比色管上方垂直观察, 试样溶液的浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

6.7 硫酸盐测定

6.7.1 方法原理

在盐酸介质中, 硫酸根离子与钡离子生成白色硫酸钡沉淀, 与标准比浊溶液进行比较。

6.7.2 试剂和材料

应包括下列各项:

- a) 盐酸溶液: 1 + 1;
- b) 氯化钡溶液: 100 g/L;
- c) 硫酸盐标准溶液: 1 mL 含 0.1 mg SO_4^{2-} , 按 GB/T 602 中的规定制备。

6.7.3 仪器和设备

应包括下列各项:

- a) 纳氏比色管: 50 mL;
- b) 分析天平: 感量 0.1 mg。

6.7.4 试验步骤

称取 2.0 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 50 mL 纳氏比色管中, 加入 20 mL 水溶解, 滴加 2 mL 盐酸溶液酸化, 加热至微沸, 滴加 3 mL 氯化钡溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min。同时, 取适量硫酸盐标准溶液 (单盐酸胍取 1.0 mL, 二盐酸胍取 0.6 mL) 置于另一支 50 mL 纳氏比色管中, 按相同步骤制备标准比浊溶液。在自然光下, 从比色管上方垂直观察, 试样溶液的浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

6.8 水分测定

按 GB/T 6283 中的规定进行测定。称取约 1 g 试样, 精确至 0.000 1 g, 溶剂为无水甲醇。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%。

6.9 铁测定

6.9.1 方法原理

按 GB/T 30903 中的规定进行测定。当铁含量较低时, 可采用火焰原子吸收分光光度法进行测定,

6.9.2 试剂和材料

应包括下列各项:

- a) 硝酸溶液: 1 + 1;
- b) 铁标准储备溶液: 1 mL 含 1 mg Fe, 按 GB/T 602 中的规定制备;
- c) 铁标准工作溶液: 1 mL 含 0.01 mg Fe, 移取 10.00 mL 铁标准储备溶液置于 1 000 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

6.9.3 仪器和设备

应包括下列各项:

- a) 原子吸收分光光度计: 配备铁空心阴极灯;
- b) 容量瓶: 50 mL、1 000 mL;
- c) 移液管: 1 mL、5 mL、10 mL;
- d) 分析天平: 感量 0.1 mg。

6.9.4 试验步骤

应按下列各项进行:

- a) 标准曲线的绘制: 移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准工作溶液分别置于 6 个 50 mL 容量瓶中, 各加入 2 mL 硝酸溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀。以水为空白, 在原子吸收分光光度计上, 于波长 248.3 nm 处, 按仪器操作规程测定吸光度。以铁的质量浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线;
- b) 试样溶液的制备: 称取约 10 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 水溶解, 滴加 2 mL 硝酸溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀;
- c) 测定: 在与绘制标准曲线相同的仪器条件下, 测定试样溶液的吸光度, 从标准曲线上查出对应的铁质量浓度。

6.9.5 结果计算

铁的质量分数 ω_4 计, 按公式 (4) 计算:

$$\omega_4 = \frac{\rho \times V}{m \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ ——从标准曲线上查出的试样溶液中铁的质量浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试样溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试样的质量, 单位为克 (g);

10^6 ——单位换算系数。

6.10 重金属测定

6.10.1 方法原理

在弱酸性介质中, 重金属离子与硫化钠生成有色硫化物沉淀, 与标准比色溶液进行比较。

6.10.2 试剂和材料

应包括下列各项:

- a) 乙酸溶液: 1 + 10;

- b) 硫化钠溶液：100 g/L（现用现配）；
- c) 铅标准储备溶液：1 mL 含 1 mg Pb，按 GB/T 602 中的规定制备；
- d) 铅标准工作溶液：1 mL 含 0.01 mg Pb，移取 10.00 mL 铅标准储备溶液置于 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

6.10.3 仪器和设备

应包括下列各项：

- a) 纳氏比色管：50 mL；
- b) 分析天平：感量 0.1 mg。

6.10.4 试验步骤

称取 1.0 g 试样，精确至 0.01 g，置于 50 mL 纳氏比色管中，加入 20 mL 水溶解，滴加 2 mL 乙酸溶液调节 pH 值至 3 ~ 4，加入 1 mL 硫化钠溶液，加水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。同时，取适量铅标准工作溶液（单盐酸肼取 1.0 mL，二盐酸肼取 0.5 mL）置于另一支 50 mL 纳氏比色管中，按相同步骤制备标准比色溶液。在自然光下，从比色管上方垂直观察，试样溶液的颜色不得深于标准比色溶液的颜色。

7 检验规则

7.1 组批

以同一生产工艺、同一批原料生产的产品为一批，每批产品的批量不大于 50 t。

7.2 抽样

按 GB/T 6678 中的规定进行抽样。抽样时，应从每批产品的不同部位随机抽取不少于 10 个包装单元，每个包装单元抽取的试样量不少于 50 g，将抽取的试样充分混合，用四分法缩分至不少于 500 g，置于两个洁净、干燥的广口瓶中，密封，贴上标签，注明产品名称、批号、抽样日期和抽样人。一瓶用于检验，另一瓶作为留样，留样保存期为 6 个月。

7.3 检验分类

7.3.1 出厂检验

每批产品出厂前，应进行出厂检验，检验项目包括外观、主含量、熔点范围、水分、灼烧残渣、氯化物、硫酸盐。检验合格后方可出厂。

7.3.2 型式检验

型式检验项目包括本文件第 5 章规定的全部项目。正常生产时，每年至少进行一次型式检验；当出现下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 原料、生产工艺发生重大变化时；
- b) 产品停产 6 个月以上恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 国家市场监督管理总局提出型式检验要求时。

7.4 判定规则

按 GB/T 8170 中的规定进行判定。检验结果中若有一项指标不符合本文件要求，应重新从同批产品中加倍抽样进行复验。复验结果中仍有一项指标不符合本文件要求，则该批产品为不合格品。

8 标志、标签、随行文件、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品包装上应按 GB/T 191 中的规定标注“防潮”“远离氧化剂”标志。

8.2 标签

产品标签上应注明下列各项内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品类型（单盐酸胍 / 二盐酸胍）；
- c) 分子式、相对分子质量；
- d) 生产批号；
- e) 净含量；
- f) 生产厂家名称、地址、联系方式；
- g) 本文件编号；
- h) 生产日期；
- i) 保质期；
- j) 安全警示语。

8.3 随行文件

每批产品出厂时，应随附产品质量证明书，质量证明书中应注明下列各项内容：

- a) 产品名称、批号；
- b) 生产厂家名称；
- c) 检验日期；
- d) 检验项目及检验结果；
- e) 检验员签名、检验部门盖章。

8.4 包装

8.4.1 产品采用双层包装，内层为聚乙烯塑料袋，外层为铁桶或塑料桶。

8.4.2 包装应密封严密，防止吸潮和泄漏。

8.4.3 每桶净含量可根据用户需求确定，常见规格为 25 kg/桶、50 kg/桶。

8.5 运输

8.5.1 产品运输时，应采用有防雨、防潮、防晒措施的运输工具，避免与强氧化剂、酸类、碱类等危险品混装混运。

8.5.2 运输过程中应轻装轻卸，防止包装破损。

8.6 贮存

8.6.1 产品应贮存在阴凉、干燥、通风良好的库房内，远离火种、热源，避免阳光直射。

8.6.2 库房内相对湿度应不大于 75%，与强氧化剂、酸类、碱类等物品分开存放，严禁混贮。

8.6.3 保质期自生产日期起为 12 个月，逾期应重新检验，合格后方可使用。

