

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3824—XXXX

代替HG/T 3824—2014

苯并三氮唑

Benzotriazole

(ISO 3618:1994, Photography—Processing chemicals—Specifications for
benzotriazole, NEQ)

(征求意见稿)

20230619

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 3824-2014《苯并三氮唑》，与HG/T 3824-2014相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——增加了气相色谱法测定苯并三氮唑的方法；

——增加了邻苯二胺含量的测定。

本文件参考“ISO 3618:1994《摄影 冲洗用化学品 苯并三唑规范》”起草，一致性程度为非等效。

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水处理剂分技术委员会（SAC/TC63/SC5）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件于2006年首次发布，2014年第一次修订，本次为第二次修订。

苯并三氮唑

1 范围

本文件规定了苯并三氮唑产品的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。
本文件适用于以邻苯二胺与亚硝酸钠为原料制得的苯并三氮唑，该产品主要作为有色金属的缓蚀剂，对黑色金属也有缓蚀作用。此外还可作为有机合成的中间体、摄影化学品和催化剂，以及测定银、铜和锌离子的试剂。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法
- 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 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

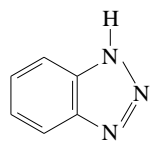
3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和结构式

分子式：C₆H₅N₃

结构式：



分子量：119.04（按2011年国际相对原子质量）

5 要求

- 5.1 外观：白色至微黄色固体。
- 5.2 苯并三氮唑按相应的试验方法测定应符合表 1 要求。

表1

指标项目	指 标	试验方法
苯并三氮唑含量，%	≥ 99.5	6.3
熔点，℃	97.0~99.5	6.4
水分，%	≤ 0.1	6.5
灼烧残渣，%	≤ 0.05	6.6

色度, Hazen	≤	40	6.7
pH值 (10g/L)		5.0~6.0	6.8
邻苯二胺含量, μg/g	≤	20.0	6.9

6 试验方法

6.1 通则

本文件所用试剂和水, 在没有注明其它要求时, 均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的二级水及以上。试验中所需制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按GB/T 603的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下, 于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 苯并三氮唑含量的测定

6.3.1 重量法 (仲裁法)

6.3.1.1 方法提要

将试样溶解后加入过量的硝酸银溶液, 生成白色沉淀物, 用已恒量的坩埚式过滤器过滤, 烘干至恒量, 以所得沉淀物的质量计算苯并三氮唑的含量。

6.3.1.2 试剂或材料

6.3.1.2.1 氨水溶液: 1+1。

6.3.1.2.2 硝酸银溶液: 100g/L。

6.3.1.3 仪器设备

坩埚式过滤器: G₄。

6.3.1.4 试验步骤

称取约0.25g试样, 精确至0.2mg, 置于300mL烧杯中并用10mL氨水溶液溶解。加入50mL水后加热至60℃~90℃。然后在搅拌的同时, 缓慢加入10mL硝酸银溶液。继续在60℃时搅拌15min后, 冷却至室温, 用预先于105℃~110℃烘干并恒量的坩埚式过滤器过滤。用水洗涤沉淀物并将沉淀物全部转移至坩埚式过滤器, 至少洗涤六次。将带沉淀物的坩埚式过滤器在105℃~110℃下烘干至恒量。

6.3.2.5 结果计算

苯并三氮唑含量以质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_1)M_1/M_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——干燥后的沉淀物与坩埚式过滤器的质量的数值, 单位为克(g);

m_1 ——预先烘干并恒量的坩埚式过滤器的质量的数值, 单位为克(g);

M_1 ——苯并三氮唑的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M_1=119.04$);

M_2 ——苯并三氮唑银盐的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M_2=225.93$);

m ——试料的质量的数值, 单位为克(g)。

6.3.2.7 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0.2%。

6.3.2 气相色谱法

6.3.2.1 方法提要

采用气相色谱法,在选定的色谱条件下使样品汽化后经毛细管柱分离,用氢火焰离子化检测器检测,采用面积归一法,测定样品中苯并三氮唑的含量。

6.3.2.2 试剂或材料

6.3.2.2.1 乙腈:分析纯。

6.3.2.2.2 苯并三氮唑标样:已知含量, $\omega \geq 99.5\%$ 。

6.3.2.3 仪器设备

6.3.2.3.1 气相色谱仪:GC7820。

6.3.2.3.2 检测器:氢火焰离子化检测器(FID)。

6.3.2.3.3 色谱工作站:安捷伦工作站。

6.3.2.3.4 毛细色谱柱:CP-Volamline 毛细管色谱柱, $30\text{m} \times 0.32\text{ mm(id)}$,膜厚 $1.0\text{ }\mu\text{m}$ 。

6.3.2.4 气相色谱操作条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表2。

表2

控制参数		操作条件
载气		氮气
载气压力/psi		10
检测器温度/°C		300
汽化室温度/°C		300
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)		30
助燃气(空气)流量/(mL/min)		300
补偿气		氮气
补偿气流量/(mL/min)		30
分流比		35:1
程序升温	初始柱温/°C	70
	保持时间/min	0
	升温速度/(°C/min)	20
	终止温度/°C	240
	终温保持时间/min	0
	升温速度/(°C/min)	3
	终止温度/°C	260
	终温保持时间/min	0
	升温速度/(°C/min)	30
	终止温度/°C	300
	终温保持时间/min	15
进样量/ μL		1
定量方法		峰面积归一化法

6.3.2.5 试验步骤

6.3.2.5.1 标样溶液的测定

称取0.1g（精确至0.0001g）苯并三氮唑标样于50mL容量瓶中，用乙腈溶解稀释至刻度，摇匀。调取色谱方法自动进样。

6.3.2.5.2 试样溶液的测定

称取0.1g（精确至0.0001g）苯并三氮唑试样于50mL容量瓶中，用乙腈溶解稀释至刻度，摇匀。调取色谱方法自动进样。

6.3.2.6 结果计算

苯并三氮唑的质量分数按式（2）计算：

$$X_1 = \frac{A_2 \times P \times W_1}{A_1 \times W_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_1 ——标样的峰面积；

A_2 ——试样的峰面积；

W_1 ——标样的质量，g；

W_2 ——试样的质量，g；

P ——标样的含量，%。

6.3.2.7 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0.5%。

6.4 熔点的测定

按GB/T 617进行测定。

6.5 水分的测定

按GB/T 606进行测定。

6.6 灼烧残渣的测定

6.6.1 方法提要

试样在（600±50）℃的马弗炉中灼烧后，用天平称出残渣的质量。

6.6.2 试验步骤

称取约2.0g试样，精确到0.2mg，置于预先于（600±50）℃烘干并恒量的瓷坩埚中，在电炉上小心灰化至浓烟赶尽。然后将坩埚移入马弗炉中，在（600±50）℃下灼烧4h。取出，放入干燥器中冷却至室温，然后称量，直至恒量。

6.6.3 结果计算

灼烧残渣含量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按式（3）计算：

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

式中：

m_1 ——试样残渣与坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

6.6.4 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0.01%。

6.7 色度的测定

6.7.1 方法提要

乙醇溶解后的试样的颜色与标准铂-钴比色液的颜色目测比较，并以Hazen（铂-钴）颜色单位表示结果。Hazen（铂-钴）颜色单位即：每升溶液含1mg铂（以氯铂酸计）及2mg六水合氯化钴溶液的颜色。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 盐酸。

6.7.2.2 无水乙醇。

6.7.2.3 六水合氯化钴（ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）。

6.7.2.4 氯铂酸钾（ K_2PtCl_6 ）。

6.7.2.5 色度标准贮备液（500Hazen单位）：称取1.000g六水合氯化钴和1.245g氯铂酸钾，用水溶解后加入100mL盐酸，然后转移至1000mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液置于带塞棕色玻璃瓶中可保存一年。

6.7.3 仪器设备

6.7.3.1 比色管：25mL或50mL。

6.7.4 试验步骤

称取（ 2.50 ± 0.01 ）g试样，置于一支比色管中，用无水乙醇溶解并稀释至25mL。同时向另一支比色管中注入40Hazen的标准铂-钴比色溶液至刻度。比较试样与标准铂-钴比色溶液的颜色，进行判定。

6.8 pH值的测定

6.8.1 仪器设备

酸度计：精度0.02pH单位，配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

6.8.2 试验步骤

混合溶液的制备：在250mL烧杯中，加入80mL乙醇、20mL水，用氢氧化钠溶液（4g/L）或盐酸溶液（1+99）调整PH值为 7.0 ± 0.1 。称取（ 1.00 ± 0.01 ）g试样，置于250mL烧杯中，加入100mL混合溶液，加热使之全部溶解。待试液冷至室温后，将试液全部倒入烧杯中，置于电磁搅拌器上，将电极浸入溶液中，开动搅拌，在已定位的酸度计上读出pH值。

6.9 邻苯二胺含量的测定

6.9.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的色谱条件下使样品汽化后经毛细管柱分离，用氢火焰离子化检测器检测，带入校正因子计算，测定样品中邻苯二胺含量。

6.9.2 试剂或材料

乙腈：分析纯；

邻苯二胺标样：含量大于99.5%；

苯并三氮唑标样：含量大于99.5%。

6.9.3 仪器设备

气相色谱仪：GC7820；

检测器：氢火焰离子化检测器（FID）；

色谱工作站：安捷伦工作站；

毛细色谱柱：CP-Volamline毛细管色谱柱，30m×0.32 mm(id)，膜厚1.0 μm；

6.9.4 色谱仪操作条件

推荐的色谱柱及典型操作条件同6.3.2.4。

6.9.5 试验步骤

6.9.5.1 校正因子测定

称取0.1（0.0002g）邻苯二胺和0.1g（0.0002g）苯并三氮唑标样于50mL容量瓶中，用乙腈溶解稀释至刻线，摇匀装至1.5ml进样样品中，调取色谱方法自动进样，典型的色谱图见图1。

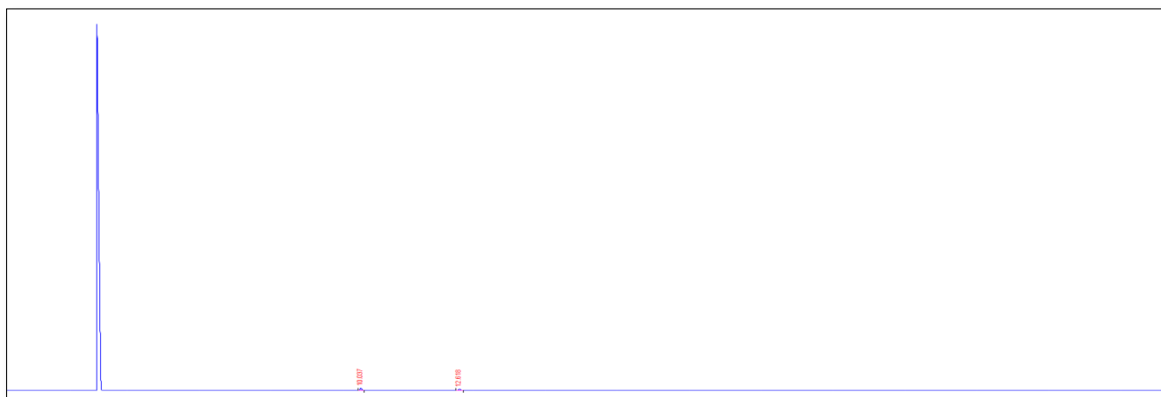


图 1 色谱图

其中 $t=9.6\text{min}$ ，邻苯二胺；
 $t=12.1\text{min}$ ，苯并三氮唑。

6.9.5.2 试样的测定

称取0.2g（0.0002g）试样于15mL三角瓶中，加10mL乙腈溶解，过滤后手动进样调取色谱方法进样，典型的气相色谱图见图2。

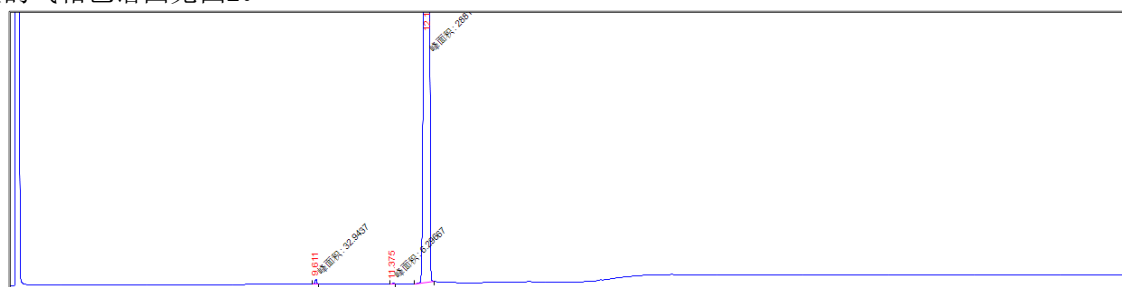


图 2 邻苯二胺含量气相色谱图

其中：
 $t=9.6\text{min}$ ，邻苯二胺；
 $t=11.3\text{min}$ ，甲基苯并三氮唑；
 $t=12.1\text{min}$ ，苯并三氮唑。

6.9.6 结果计算

6.9.6.1 校正因子按式（4）计算：

$$f = \frac{\frac{m_{\text{邻}} * P_{\text{邻}}}{A_{\text{邻}}}}{\frac{m_{\text{BTA}} * P_{\text{BTA}}}{A_{\text{BTA}}}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：
 f ——校正因子；
 $m_{\text{邻}}$ ——邻苯二胺标样质量；
 $P_{\text{邻}}$ ——邻苯二胺标样含量；
 $A_{\text{邻}}$ ——邻苯二胺峰面积；

m_{BTA} ——苯并三氮唑标样质量；

P_{BTA} ——苯并三氮唑标样含量；

A_{BTA} ——苯并三氮唑峰面积。

6.9.6.2 邻苯二胺的含量 w 按式(5)计算：

$$w = \frac{A_s \times f}{\sum A_s \times f + A_{i2} + A_{i3}} * 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

w ——邻苯二胺含量，%

A_s ——邻苯二胺峰面积；

f ——邻苯二胺校正因子；

A_{i2} ——甲基苯并三氮唑峰面积；

A_{i3} ——苯并三氮唑峰面积。

7 检验规则

7.1 本文件规定的全部指标项目为型式检验项目，正常情况下每六个月至少进行一次型式检验。本文件规定的苯并三氮唑含量、熔点、水分、灼烧残渣、色度、pH 值六项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 苯并三氮唑产品每批不超过 20t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器垂直插入到包装袋深的四分之三处采样。每袋所采样品不少于 100g。将采出的样品混匀，按四分法缩分至不少于 500g，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。瓶上贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。

7.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

7.5 检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果有一项不符合本文件要求时，整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 苯并三氮唑的包装袋上应涂刷牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、本文件编号以及 GB/T 191 规定的“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的苯并三氮唑产品都应附有质量检验报告和质量合格证。

8.3 苯并三氮唑采用内衬双层塑料袋（黑色和白色）的编织袋或复合塑料编织袋包装，每袋净质量 20 kg；或按用户要求进行包装。

8.4 运输时严防雨淋、曝晒。

8.5 苯并三氮唑贮存在阴凉干燥的库房里，避光保存，贮存期为两年。