

ICS 71.080.30
CCS G 17

C I E S C

中国化工学会团体标准

T/CIESC XXXX—XXXX

工业级超细硝基胍

Industrial grade superfine nitroguanidine

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

中国化工学会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020 《标准化工作导则 第一部分：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。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件的起草单位：贝利特化学股份有限公司，宁夏绿色氰胺化学新材料研究院，宁夏贝利特生物科技有限公司。

本文件的主要起草人：李玉忠、夏学鹏、宋国强、李鹏伟、李锋、马志兰、王永军、姬越城、许利峰。

工业级超细硝基胍

警示——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。

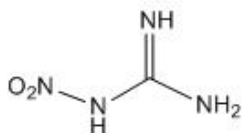
1 范围

本文件规定了工业级超细硝基胍的要求、试验方法、验收、验收期以及标志、包装、储运。

本文件适用于以硝酸胍和硫酸为主要原料化学合成的工业级超细硝基胍。

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

结构简式：



相对分子质量：104.07（按 2022 年国际相对原子质量）

CAS 登录号：556-88-7

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法

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 7531 有机化工产品灼烧残渣的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 26792 高效液相色谱仪

HG/T 5399 工业用硝基胍

NY/T 1860.2 农药理化性质测定试验导则 第 2 部分：酸（碱）度

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

工业级超细硝基胍为白色晶体。

4.2 要求

工业级超细硝基胍的技术要求见表 1。

表 1 工业级超细硝基胍技术要求

项 目	指 标
超细硝基胍含量, $\omega / \%$	≥ 98.00
水分, $\omega / \%$	$\leq 20.00—25.00$
水不溶物, $\omega / \%$	≤ 0.2
灼烧残渣, $\omega / \%$	≤ 0.2
酸度（以硫酸计）, $\omega / \%$	≤ 0.50
D97 粒径/ μm	≤ 20
平均粒径/ μm	≤ 10
pH 值	$6.0—7.0$

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

本文件所有试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂，所使用的水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

5.2 取样

按照 GB/T 6678、GB/T 6679 规定进行，用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 200 g。

5.3 外观的测定

采用目测法测定，取适量试样，置于干净、干燥的玻璃皿上，在自然光线下目测观察。

5.4 超细硝基胍含量的测定

5.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法，在规定的色谱条件下，将溶解后的试样注入液相色谱仪，使用紫外吸收检测器进行检测，外标法定量。

5.4.2 试剂与材料

5.4.2.1 甲醇：色谱纯。

5.4.2.2 纯水：GB/T 6682 规定的一级水。

5.4.2.3 硝基胍标准物质：为对照品，质量分数 $\geq 96.5\%$ 。

5.4.3 仪器与设备

5.4.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外吸收检测器，符合 GB/T 26792 要求。

5.4.3.2 超声清洗器。

5.4.3.3 玻璃进样器：50 μL 。

5.4.3.4 分析天平：感量为 0.0001 g。

5.4.4 色谱操作条件

色谱柱及色谱条件见表 2。色谱图见附录 A 中的图 A.1。

表 2 色谱柱及色谱条件

色谱柱	C 18 不锈钢柱，4.5 mm（内径） \times 250 mm（柱长）
柱温	40 $^{\circ}\text{C}$
流动相	甲醇 + 纯水（体积比 20 + 80），磷酸调节 pH 值为 2.5-3.5，0.45 μm 滤膜过滤，超声脱气 30 min
流速	0.8 mL/min

表 2 色谱柱及色谱条件（续）

检测波长	260 nm
进样量	20 μL

5.4.5 分析步骤

5.4.5.1 硝基胍标准溶液的制备

准确称取硝基胍标准物质 0.1000 g（精确至 0.1 mg）于 100 mL 容量瓶中，用 20% 甲醇溶液超声溶解 5 分钟，冷却至室温，定容摇匀，移取 1 mL 于 50 mL 容量瓶中，定容摇匀，待测。

5.4.5.2 待测试样的制备

称取硝基胍约 2.5-3.0 g，于 90 ℃-95 ℃ 干燥箱内干燥 2 小时，准确称取烘干的硝基胍待测样品 0.1000 g（精确至 0.1 mg）于 100 mL 容量瓶中，用 20 % 甲醇溶液超声波溶解 5 min，冷却至室温，定容摇匀，移取 1 mL 于 50 mL 容量瓶中，定容摇匀，待测。

5.4.5.3 测定

在选定的液相色谱条件下，系统运行 30 min 以上待基线稳定后，将配制好的标准样品和待测样品溶液过滤后，进行色谱仪分析。按下列顺序进样：标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液。

根据同种溶液中硝基胍的峰面积计算相对偏差，要求同种溶液相邻两针的峰面积相对偏差小于 0.1 %。

5.4.6 结果计算

试样中硝基胍含量以质量分数 ω 计，按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{A_2 \times m_1 \times P}{A_1 \times m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 —— 标准溶液中硝基胍峰面积的平均值；

A_2 —— 待测样溶液中硝基胍峰面积的平均值；

m_1 —— 硝基胍标样的质量，单位为克（g）；

m_2 —— 待测样品质量，单位为克（g）；

P —— 标样中的硝基胍的质量分数，%。

5.4.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果相对误差不大于 0.1 %。

5.5 水分的测定

5.5.1 分析步骤

按 GB/T 6284 的规定进行。

5.5.2 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之相对平均偏差不得大于 0.5 %。

5.6 水不溶物的测定

按 HG/T 5399 的规定执行。

5.7 灼烧残渣的测定

按 GB/T 7531 的规定执行，其中灼烧温度为 850 °C。

5.8 酸度的测定

按附录 B 的规定进行测定。

5.9 粒径的测定

按附录 C 的规定进行测定。

5.10 pH 值的测定

按 NY/T 1860.2 的规定进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第 4 条全部项目均为出厂检验项目，每批产品均应做出厂检验，产品经检验合格并签发合格证后方可出厂。

6.2 组批

每一袋产品（外销 400 kg，内用 600 kg）为一个批次，使用一个生产批号。

6.3 判定规则

检验结果的判定按 GB/T 8170 中相关规定进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果如有任何一项指标不符合本文件的要求，则应重新采双倍量的样品进行检验。重新检验结果仍不符合本文件规定的，则判为该批次产品不合格。

7 标志、包装、储运和验收期

7.1 标志

超细硝基胍包装上应有牢固清晰的标识，内容包括：产品名称、生产厂家、产品规格、重量、生产日期、保质期等信息。

7.2 包装

超细硝基胍一般采用防静电专用包装袋，内衬铝箔袋或两层内膜袋封存后装箱。

7.3 储运

超细硝基胍应专库存放，储存运输过程中其含水量不低于 20 %，储存温度无要求，湿度最好是 35 % 以上，在运输过程中应轻卸、轻放，防止碰撞、雨淋、明火等。

7.4 验收期

超细硝基胍的验收期从生产日期算起，一般情况下有效期为 6 个月，各项指标应符合本文件的技术要求。

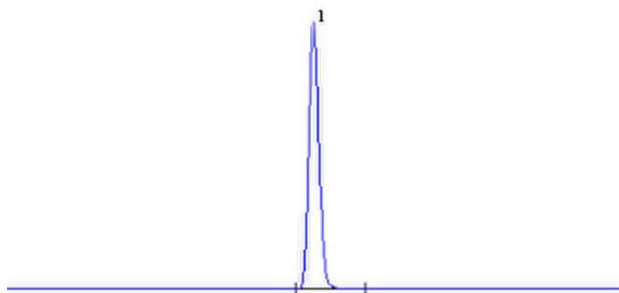
附录 A

(资料性)

硝基胍典型色谱图和保留时间

A.1 硝基胍典型色谱图

硝基胍典型色谱图如图 A.1 所示。



标引序号说明:

1 — 硝基胍。

图 A.1 硝基胍典型色谱图

A.2 硝基胍保留时间

硝基胍保留时间见表 A.1。

表 A.1 硝基胍保留时间

序号	组分名称	保留时间 / min
1	硝基胍	4.190

附 录 B

(规范性)

酸度的测定

B.1 方法提要

将硝基胍样品溶于水中，用氢氧化钠标准溶液滴定试样中的酸，采用甲基红-次甲基蓝混合指示液指示滴定终点，根据消耗的氢氧化钠标准溶液的量计算样品的酸度，以硫酸(%, 质量分数)计。

B.2 试剂或材料

B.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ ，按 GB 601 制备与标定。

B.2.2 甲基红-次甲基蓝混合指示液：按 GB 603 配制。

B.3 仪器设备

B.3.1 分析天平：感量为 0.0001 g 。

B.3.2 带塞碘量瓶：100 mL。

B.4 分析步骤

称取超细硝基胍试样（正常含水试样，不需要烘干） 3.00 g （精确至 1 mg ）于加入少量水的 250 mL 带塞碘量瓶中，用水稀释至 100 mL，加甲基红-次甲基蓝混合指示液 2-3 滴，用 0.5 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴至呈绿色为终点。

B.5 酸度结果计算

酸度（以硫酸计）以质量分数 ω 计，按式（C.1）计算。

$$\omega = \frac{V \times c \times 0.04904}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中：

V —— 滴定消耗用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c —— 氢氧化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m —— 试样的质量，单位为克（g）；

0.04904 —— 与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 = 1.0000 mol/L 相当的以克表示硫酸的质量。

附 录 C

(规范性)

平均粒径和 D97 粒径的测定

C.1 方法原理

利用光学显微镜进行观测。

C.2 仪器

显微颗粒图像分析仪。

C.3 分析步骤

取适量试样于载玻片上，铺展均匀，用 40 倍显微镜进行观察，得到试样粒径范围。

C.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之相对平均偏差不得大于 0.5 %。

附录 D

(资料性)

安全

D.1 危险性概述：硝基胍 (nitroguanidine), 别名橄苦岩, 分子式为 $\text{CH}_4\text{N}_4\text{O}_2$, 相对分子质量为 104.07 (按 2022 年国际相对原子质量)。健康危害：对眼睛、皮肤、粘膜和上呼吸道有刺激作用。燃爆危险：受高热分解, 释出有毒的氮氧化物。环境危害：对水体可造成污染。

D.2 皮肤接触：立即脱去污染的衣着, 用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。如有不适感, 就医。眼睛接触：立即提起眼睑, 用大量流动清水或生理盐水彻底冲洗 10~15 分钟。如有不适感, 就医。吸入：迅速脱离现场至空气新鲜处。保持呼吸道通畅。如呼吸困难, 给输氧。呼吸、心跳停止, 立即进行心肺复苏术。就医。食入：饮足量温水, 催吐, 就医。

D.3 灭火方法：用大量水灭火。灭火注意事项及措施：消防人员须戴好防毒面具, 在安全距离以外, 在上风向灭火。遇大火, 消防人员须在有防护掩蔽处操作。禁止用砂土压盖。

D.4 泄漏应急处理：消除所有点火源。隔离泄漏污染区, 限制出入。建议应急处理人员戴防尘口罩, 穿防毒服。作业时使用的所有设备应接地。禁止接触或跨越泄漏物。润湿泄漏物。严禁设法扫除干的泄漏物。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到中国化工学会文字上的许可外, 不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn