



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 25807—2010

---

## 间脲基苯胺盐酸盐

*m*-Carbamidoaniline hydrochloride

2010-12-23 发布

2011-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位:烟台市金河保险粉厂有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:张宝健、李春梅、王国清。

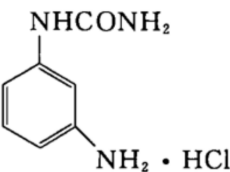
# 间脲基苯胺盐酸盐

## 1 范围

本标准规定了间脲基苯胺盐酸盐的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于间脲基苯胺盐酸盐的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_7H_9N_3O \cdot HCl$

相对分子质量：187.63(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN:59690-88-9

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 603—2002, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 要求

间脲基苯胺盐酸盐质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 间脲基苯胺盐酸盐的质量要求

项 目	指 标
(1) 外观	灰白色结晶粉末
(2) 间脲基苯胺盐酸盐的质量分数(氨基值)/%	$\geq 70.00$
(3) 纯度(HPLC)/%	$\geq 96.50$
(4) 间苯二脲含量(HPLC)/%	$\leq 3.00$
(5) 间苯二胺含量(HPLC)/%	$\leq 0.40$
(6) 水不溶物的质量分数/%	$\leq 0.10$

## 4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定采样。所采产品的包装必须完好,采样时勿使外界杂质落入产品中。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品,所采样品总量不得少于 500 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中,其上粘贴标签。注明:产品名称、批号、生产厂名称、取样日期、地点。一个供检验,一个保存备查。

## 5 试验方法

**警告**——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 5.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

### 5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

### 5.3 间脲基苯胺盐酸盐含量(氨基值)的测定

#### 5.3.1 方法提要

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸存在下与亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

#### 5.3.2 试剂和溶液

- a) 盐酸;
- b) 溴化钾;
- c) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ ,标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点;
- d) 淀粉-碘化钾试纸。

#### 5.3.3 分析步骤

称取试样约 1.0 g(精确至 0.000 2 g),置于 300 mL 烧杯中,加入煮沸的 100 mL 热水溶解,加 15 mL 盐酸、2 g 溴化钾,冷却至 0℃~5℃。然后将滴定管尖端插入液面下,在不断搅拌下,用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定,滴定近终点时把滴定管尖端提离液面,继续滴定直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈,并保持 3 min 不变即为终点,在相同条件下做空白试验。

#### 5.3.4 结果计算

间脲基苯胺盐酸盐含量(氨基值)以质量分数  $w_1$  计,数值用(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c[(V - V_0)/1\,000]M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $c$ ——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);
- $V$ ——消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_0$ ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- $M$ ——间脲基苯胺盐酸盐的摩尔质量数值,单位为克每摩尔 g/mol [ $M(\text{C}_7\text{H}_9\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HCl})=187.63$ ];
- $m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

#### 5.3.5 允许差

间脲基苯胺盐酸盐的氨基值两次平行测定结果之差不大于 0.2%(质量分数),取其算术平均值作

为测定结果。

#### 5.4 纯度及有机杂质含量的测定(HPLC)

##### 5.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法,用峰面积归一化法求得纯度及有机杂质的含量。

##### 5.4.2 仪器设备

- a) 液相色谱仪:输液泵——流量范围(0.1~5.0)mL/min,在此范围内其流量稳定性为±1%  
检测器——多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器;
- b) 色谱柱:长为150 mm,内径为4.6 mm的不锈钢柱,固定相为C<sub>18</sub> ODS 3 μm;
- c) 数据处理机:色谱工作站或积分仪;
- d) 微量注射器:平头(10~25)μL;
- e) 超声波发生器。

##### 5.4.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 乙酸铵;
- c) 甲醇水溶液:甲醇与水的体积比为10:90;
- d) 乙酸铵溶液:5 g/L 乙酸铵、1 mL/L 乙酸;
- e) 水:经0.45 μm 滤膜过滤。

##### 5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相:甲醇与乙酸铵溶液的体积比为10:90;
- b) 波长:254 nm;
- c) 流量:0.6 mL/min;
- d) 进样量:5 μL。

可根据装置不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

##### 5.4.5 溶液的制备

称取试样0.03 g(精确至0.001 g)于50 mL 棕色容量瓶中,加甲醇水溶液溶解,并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中震荡、充分溶解后备用。

##### 5.4.6 分析步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器进试样溶液5 μL,待最后一个组分流完(见色谱图1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

##### 5.4.7 结果计算

纯度及有机杂质含量以 $w_i$ 计,数值用(%)表示,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$A_i$ ——各组分*i*的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——各组分*i*的峰面积数值之和。

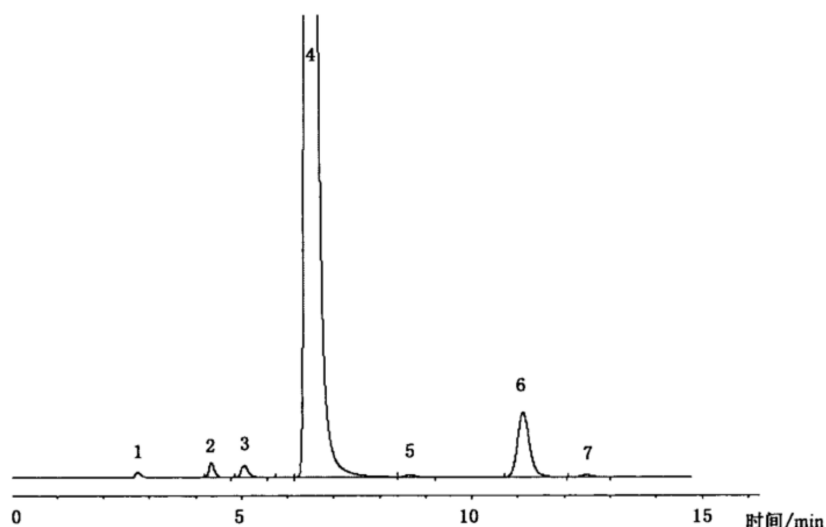
计算结果表示到小数点后两位。

##### 5.4.8 允许差

纯度两次平行测定结果之差应不大于0.2%,其他有机杂质两次平行测定结果之差应不大于0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

##### 5.4.9 色谱图

色谱图见图1。



- 1——未知物；  
 2——间苯二胺；  
 3——未知物；  
 4——间脲基苯胺；  
 5——未知物；  
 6——间苯二脲；  
 7——未知物。

图 1 色谱示意图

## 5.5 水不溶物的测定

### 5.5.1 仪器

G3 坩埚式过滤器。

### 5.5.2 分析步骤

按 GB/T 2381—2006 的有关规定进行。称样量规定为 3 g, 水的温度规定为  $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

本标准第 3 章的表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

### 6.2 出厂检验

间脲基苯胺盐酸盐应由生产厂的质量检验部门检验合格, 附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的间脲基苯胺盐酸盐均符合本标准的要求。

### 6.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定时, 应重新自两倍量的包装中取样进行检验, 重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求, 则整批产品为不合格。

## 7 标志、标签、包装、运输和贮存

### 7.1 标志、标签

间脲基苯胺盐酸盐的每个外包装上都应涂上牢固、清晰的标志, 注明: 产品名称、注册商标、规格、产品生产许可证编号及标志(如适用)、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上, 并和产品质量检验合格的证明一起放入包装容器内的塑料袋外面。

## 7.2 包装

间脲基苯胺盐酸盐用内衬黑塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装,每袋净含量 25 kg,其他包装可与用户协商确定。

## 7.3 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋。

## 7.4 贮存

贮存时应远离火源和火种,放置阴凉干燥处。

---

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
间 脲 基 苯 胺 盐 酸 盐  
GB/T 25807—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字  
2011年2月第一版 2011年2月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-41655 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



打印日期: 2011年3月28日 F009