

ICS 71.080.30; 71.080.99
G 17
备案号: 65332~65335—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5396~5399—2018

工业用 4-氯丁酰氯、 工业用 2-硝基亚氨基咪唑烷、 工业用甲基硝基胍和工业用硝基胍 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5396—2018	工业用 4-氯丁酰氯	(1)
HG/T 5397—2018	工业用 2-硝基亚氨基咪唑烷	(13)
HG/T 5398—2018	工业用甲基硝基胍	(23)
HG/T 5399—2018	工业用硝基胍	(35)

ICS 71.080.30
G 17
备案号: 65334—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5398—2018

工业用甲基硝基胍

1-Methyl-3-nitroguanidine for industrial use

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规定起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准负责起草单位：南通天泽化工有限公司。

本标准参加起草单位：中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：徐平、李红玉、汤晓锋、周喜英。

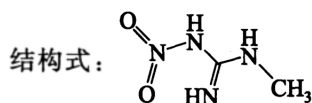
工业用甲基硝基胍

1 范围

本标准规定了工业用甲基硝基胍的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以硝基胍与一甲胺为主要原料合成的工业用甲基硝基胍。

分子式： $C_2H_6N_4O_2$



相对分子质量：118.09（按 2016 年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

GB/T 21781—2008 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

3 要求

3.1 外观：白色粉末。

3.2 甲基硝基胍的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
甲基硝基胍含量, $w/\%$	≥ 99.0
水分, $w/\%$	≤ 0.5
水不溶物, $w/\%$	≤ 0.2
硝基胍, $w/\%$	≤ 0.5
熔点/ $^{\circ}\text{C}$	161 ± 2

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验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。

4.2 一般规定

试验方法中所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验方法中所用标准滴定溶液、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。

4.3 外观的测定

取适量试样, 置于清洁、干燥的玻璃皿上, 在自然光线下目测观察。

4.4 甲基硝基胍含量及硝基胍的测定

4.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法, 在选定的操作条件下, 试样通过色谱柱得到分离, 用紫外检测器进行检测, 以外标法定量。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 甲醇: 色谱纯。

4.4.2.2 水: GB/T 6682 规定的一级水。

4.4.2.3 甲基硝基胍: 为对照品, 质量分数不低于 99.5 %。

4.4.2.4 硝基胍: 为对照品, 质量分数不低于 99.5 %。

4.4.2.5 磷酸。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 高效液相色谱仪: 具有可变波长紫外检测器。其灵敏度和稳定性应符合 GB/T 16631 的规定, 仪器的线性范围应满足分析要求。

4.4.3.2 记录仪: 色谱工作站。

- 4.4.3.3 自动进样器：10 μL。
- 4.4.3.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm。
- 4.4.3.5 超声波清洗器。

4.4.4 色谱操作条件

根据不同仪器及本试验要求选择最佳操作条件，本标准推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图及各组分的相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 A.1。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

色谱柱	C ₁₈ 为填充物的不锈钢柱
柱长×柱内径/mm	150×4.6，粒径 5 μm
柱温	室温
流动相	甲醇+水=5+95，经过滤膜过滤，并进行脱气，磷酸调 pH 值为 3
流速/(mL/min)	1.0
检测波长/nm	270
进样量/μL	10

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 对照品溶液的制备

称取 0.02 g 硝基胍对照品（精确至 0.000 1 g）于 250 mL 容量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，在超声波中振荡 5 min，冷却至室温，摇匀。

称取 0.05 g 甲基硝基胍对照品（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，用移液管移取 1 mL 上述硝基胍对照品溶液，加流动相溶解并稀释至刻度，在超声波中振荡 5 min，冷却至室温，摇匀。用移液管移取 1 mL 上述溶液于 25 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样的制备

称取 0.05 g 甲基硝基胍试样（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，加流动相溶解并稀释至刻度，在超声波中振荡 5 min，冷却至室温，摇匀。用移液管移取 1 mL 上述溶液于 25 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针甲基硝基胍标样的峰面积相对变化小于 1 % 后，按照对照品溶液、试样溶液、对照品溶液、试样溶液的顺序进行测定。

4.4.6 结果计算

试样中甲基硝基胍含量以质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \times 100 \% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_2 ——试样溶液中甲基硝基胍峰面积的平均值；

m_1 ——甲基硝基胍对照品的质量的数值，单位为克（g）；

w ——对照品中甲基硝基胍的质量分数；

A_1 ——对照品溶液中甲基硝基胍峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

试样中硝基胍的质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2 n} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_2 ——试样溶液中硝基胍峰面积的平均值；

m_1 ——硝基胍对照品的质量的数值，单位为克（g）；

w ——对照品中硝基胍的质量分数；

A_1 ——对照品溶液中硝基胍峰面积的平均值；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

n ——硝基胍对照品稀释倍数（ $n=250$ ）。

4.4.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为报告结果，甲基硝基胍两次测定结果的绝对差值不得大于 0.5%，硝基胍两次测定结果的绝对差值不大于 0.05%。计算结果保留到小数点后 1 位。

4.5 水分的测定

按 GB/T 6284 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值作为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

4.6 水不溶物的测定

4.6.1 仪器设备

4.6.1.1 烘箱：（105±2）℃。

4.6.1.2 玻璃砂芯坩埚：G4。

4.6.1.3 电炉。

4.6.1.4 烧杯：250 mL。

4.6.2 测定步骤

称取 5 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于 250 mL 烧杯中，加入 200 mL 水。在电炉上加热使之溶解，趁热用已干燥至恒重的玻璃砂芯坩埚过滤，再用 60 mL 热水分 3 次洗涤烧杯，并抽滤。将坩埚置于烘箱中干燥（约 60 min），取出放入干燥器中冷却至室温，称重。重复上述操作，直至两次测量值的质量差小于 0.000 3 g 时进行计算。

4.6.3 结果计算

水不溶物的质量分数 w_3 ，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——恒重后玻璃砂芯坩埚和不溶物的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——玻璃砂芯坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.6.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

4.7 熔点的测定

按 GB/T 21781—2008 中“熔点的试验方法”的规定，用自动熔点仪测试样品终熔点。

5 检验规则

5.1 出厂检验

第 3 章规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 组批规则

工业用甲基硝基胍以同等质量的产品为一批，可按产品贮罐组批，或者按生产周期组批。

5.3 采样

按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定采样。以批为单位采样，采样量不少于 200 g。分别装于 2 个清洁、干燥的广口瓶中，密封，贴上标签。一份由质检部门检验，另一份密封保存备查。

5.4 合格判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检。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。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

6.1.1 工业用甲基硝基胍产品外包装上应有清晰、牢固的标识，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 本标准编号；
- c) 生产厂名称；
- d) 厂址；
- e) 批号；
- f) 生产日期；
- g) 净含量。

6.1.2 每批出厂的工业用甲基硝基胍应附有一定格式的质量证明书，内容至少包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；

- c) 生产日期和/或批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用甲基硝基胍用纸塑复合袋内衬黑色塑料袋包装，每包净含量 20 kg，也可以根据客户的要求采取其他包装方式。

6.3 运输

运输车辆应配备相应品种的消防器材，严禁与食用化学品等混装混运。运输途中应防潮、防雨淋。

6.4 贮存

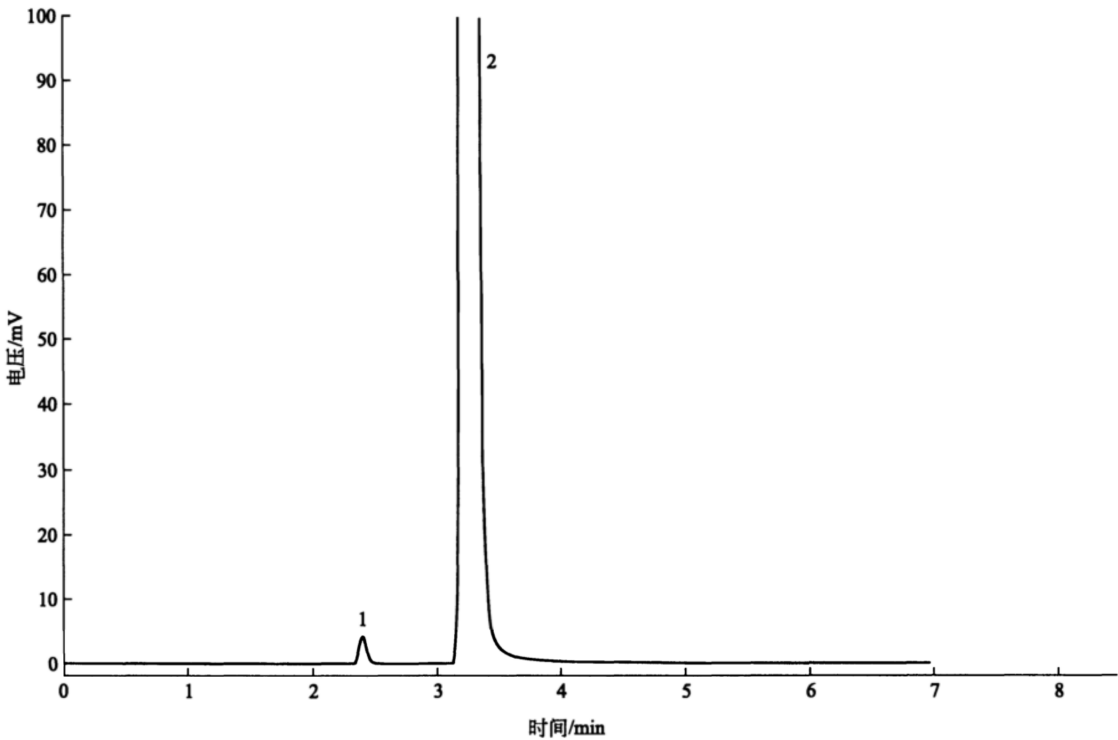
工业用甲基硝基胍应贮存在通风、干燥的仓库内，远离火种、热源。

附 录 A
(规范性附录)

甲基硝基胍含量及硝基胍测定的典型色谱图及各组分的相对保留值

A.1 甲基硝基胍含量及硝基胍测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——硝基胍；
- 2——甲基硝基胍。

图 A.1 甲基硝基胍含量及硝基胍测定的典型色谱图

A.2 各组分的相对保留值

各组分的相对保留值见表 A.1。

表 A. 1 各组分的相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	硝基胍	0.70
2	甲基硝基胍	1

中华人民共和国
化工行业标准
工业用 4-氯丁酰氯、
工业用 2-硝基亚氨基咪唑烷、
工业用甲基硝基胍和工业用硝基胍
(2018)

HG/T 5396~5399—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3¼ 字数 77.5 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2541

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：50.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

