

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: 65335—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5399—2018

工业用硝基胍

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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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、周喜英、苗小培。

工业用硝基胍

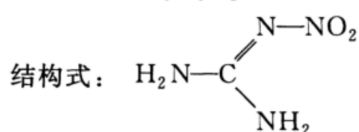
警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

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

本标准适用于以硝酸胍和硫酸为主要原料化学合成的工业用硝基胍。

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



相对分子质量：104.07（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 干燥减重法
- 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 16631 高效液相色谱法通则

3 要求

3.1 外观：白色针状结晶。

3.2 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
硝基胍含量, $w/\%$	≥ 98.0
水分, $w/\%$	23~26
水不溶物, $w/\%$	≤ 0.2
灼烧残渣, $w/\%$	≤ 0.2
酸度 (以 H_2SO_4 计), $w/\%$	≤ 0.5
注: 除硝基胍含量以干基计外, 其余指标均以潮品计。	

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 水分的测定

按 GB/T 6284 中“干燥减量法”的规定执行。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 %。
干燥减量后的样品用于硝基胍含量测定用。

4.5 硝基胍含量的测定

4.5.1 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。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 甲醇: 色谱纯。

4.5.2.2 水: GB/T 6682 规定的一级水。

4.5.2.3 硝基胍: 为对照品, 质量分数不低于 99.5 %。

4.5.2.4 磷酸。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 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。

4.5.3.2 记录仪：色谱工作站。

4.5.3.3 自动进样器：10 μ L。

4.5.3.4 过滤器：滤膜孔径约 0.45 μ m。

4.5.3.5 超声波清洗器。

4.5.4 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。典型色谱图见附录 A 中图 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 μ m
柱温	室温
流动相	甲醇+水=15+85，经过滤膜过滤，并进行脱气，磷酸调 pH 值为 3
流速/(mL/min)	0.8
检测波长/nm	270
进样量/ μ L	10

4.5.5 分析步骤

4.5.5.1 对照品溶液的制备

称取 0.05 g 硝基胍对照品（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。

4.5.5.2 样品的制备

称取 0.05 g 硝基胍干基试样（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。

4.5.5.3 测定

在上述条件下，待仪器稳定后，连续注入数针对照品溶液，直至相邻两针硝基胍对照品的峰面积相对变化小于 1 %后，按照对照品溶液、样品溶液、对照品溶液、样品溶液的顺序进行测定。

4.5.6 结果计算

试样中硝基胍含量以质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

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

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）。

4.5.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定的结果绝对差值不大于 0.5 %。计算结果保留到小数点后 1 位。

4.6 水不溶物的测定

4.6.1 仪器设备

- 4.6.1.1 天平：分度值 0.1 mg。
- 4.6.1.2 烘箱：(105±2) °C。
- 4.6.1.3 玻璃砂芯坩埚：G4。
- 4.6.1.4 电炉。
- 4.6.1.5 烧杯：250 mL。

4.6.2 测定步骤

称取 5 g 干基试样（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 次洗涤锥形瓶，并抽滤。将坩埚置于烘箱中干燥（大约 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_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

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 灼烧残渣的测定

灼烧温度为 850 °C，其余按 GB/T 7531 的规定执行。

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 %。

4.8 酸度的测定

4.8.1 试剂和溶液

4.8.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.02\text{ mol/L}$ 。

4.8.1.2 酚酞指示液：1 g/L。

4.8.2 测定步骤

称取 2 g 硝基胍干基试样（精确至 0.000 1 g）于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 煮沸的水至样品溶解，冷却至室温，加入 3 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，保持 30s 颜色不发生变化为终点。

4.8.3 结果计算

酸度（以 H_2SO_4 计）的质量分数 w_3 ，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{cVM}{2m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

M ——硫酸的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔（g/mmol）（ $M=0.098$ ）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

4.8.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行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。

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

本产品用编织袋内衬塑料袋包装，每包净含量 22.5 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，运输途中应防雨淋、防高温，搬运时轻卸、轻放。

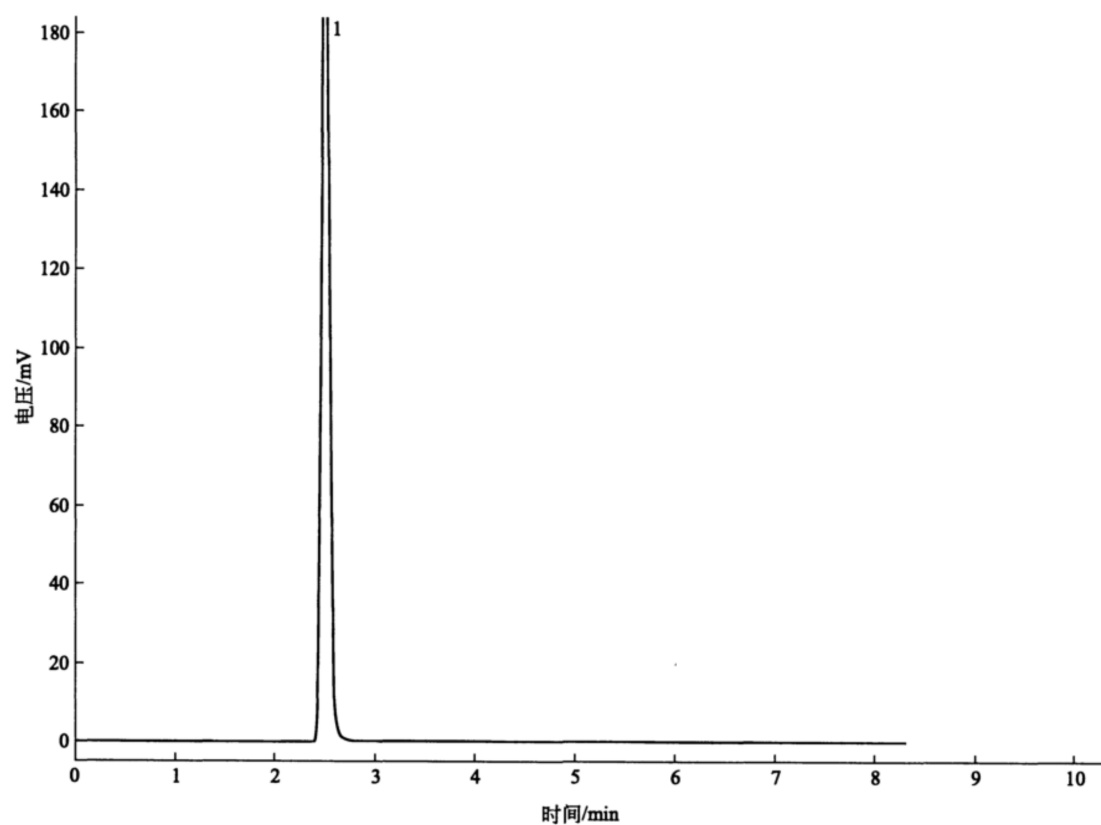
6.4 贮存

工业用硝基胍应贮存在通风、干燥的仓库中，防止雨淋和日晒。与氧化剂、碱等分储，远离火种、热源。储区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料¹⁾。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

附 录 A
(规范性附录)
硝基胍含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A. 1。



说明：

1——硝基胍。

图 A. 1 硝基胍含量测定的典型色谱图

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 硝基胍含水 20 %作为稳定剂，但遇明火、高热、摩擦、振动、撞击可能引起激烈燃烧或爆炸，释放出有毒的氮氧化物。（硝基胍干品或含水低于 20 %时受热 150 ℃会分解爆炸，硝基胍含水高于 20 %时为易燃固体。）眼睛接触该物质，用水冲洗，如仍觉眼睛刺激，就医。皮肤接触，用温和的肥皂水和清水冲洗暴露部位，如刺激症状持续，就医。如吸入大量的烟雾，立即将患者移至空气新鲜处，并保持呼吸舒适的休息姿势，若呼吸困难，给氧，如呼吸停止，立即进行人工呼吸，就医。发生火灾时，可用泡沫、干粉、二氧化碳灭火器灭火。

B.2 试验完成后，剩余样品应返回到生产系统中去。

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

