

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

---

有机化工产品

(2002)

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

---

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

ICS 71.080.30

备案号:10968—2002

HG/T 3269—2002

## 前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3269—1989 《工业硝酸胍》修订而成。

本标准与 HG/T 3269—1989 的主要技术差异是增设了安全条款。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3269—1990。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会归口。

本标准起草单位: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:楼舜、顾顺兴。

本标准于 1989 年 5 月首次发布。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

## 工业用硝酸胍

HG/T 3269—2002

Guanidine nitrate for industrial use

代替 HG/T 3269—1989

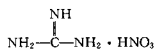
## 1 范围

本标准规定了工业用硝酸胍的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、安全等。

本标准适用于以双氰胺或尿素与硝酸铵进行缩合反应制得的工业用硝酸胍。该产品主要用作医药中间体。

分子式： $\text{CH}_5\text{N}_3 \cdot \text{HNO}_3$

结构式：



相对分子质量：122.09(按 1999 年国际相对原子质量)

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6679—1986 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)

## 3 要求

3.1 外观:白色或米白色颗粒状或片状结晶。

3.2 工业用硝酸胍应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
硝酸胍含量, %	≥ 98.0	97.0	90.0
加热减量, %	≤ 0.3	0.5	1.0
水不溶物含量, %	≤ 0.05	0.10	0.15
游离酸(以 $\text{HNO}_3$ 计)含量, %	≤ 0.3	0.5	—
游离硝酸铵含量, %	≤ 0.3	0.5	—

中华人民共和国国家经济贸易委员会 2002-09-28 批准

2003-06-01 实施

#### 4 试验方法

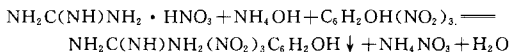
试验方法中所用试剂为分析纯试剂,所用的水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验方法中所用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 制备。

##### 4.1 硝酸胍含量的测定

###### 4.1.1 方法提要

在碱性条件下,硝酸胍与苦味酸生成苦味酸胍沉淀,称量沉淀,计算硝酸胍的含量。



###### 4.1.2 试剂和材料

###### 4.1.2.1 氨水溶液:10%。

###### 4.1.2.2 苦味酸溶液:12.0~12.4 g/L,配制和标定见附录 A(标准的附录)。

###### 4.1.3 仪器、设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5~15 μm。

###### 4.1.4 分析步骤

称取约 2.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,加热溶解,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,过滤,吸取滤液 25 mL,置于 250 mL 烧杯中,加 2 mL 氨水溶液,75 mL 苦味酸溶液,有黄色沉淀形成时应稍加搅拌,将烧杯保持 5~10℃,放置 1 h,用预先于 105~110℃ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用原滤液 30 mL 分数次洗涤烧杯和滤渣,将带有滤渣的玻璃砂坩埚于 105~110℃ 干燥至质量恒定。

###### 4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的硝酸胍含量  $X_1$ ,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.424}{\frac{25}{250} m} \times 100 = \frac{m_1 \times 424}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_1$ ——滤渣的质量, g;

$m$ ——试样的质量, g;

0.424——硝酸胍与苦味酸胍相对分子质量之比。

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差不得大于 0.2%。

##### 4.2 加热减量的测定

###### 4.2.1 仪器、设备

称量瓶:外径 60 mm,瓶高 30 mm。

###### 4.2.2 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于预先于 105~110℃ 干燥至质量恒定的称量瓶中,于 105~110℃ 干燥 2.5 h,冷却后称量。

###### 4.2.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的加热减量  $X_2$ ,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $m$ ——干燥前试样的质量, g;

$m_1$ ——干燥后试样的质量, g。

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差不得大于 0.04%。

##### 4.3 水不溶物含量的测定

###### 4.3.1 仪器、设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径 5~15  $\mu\text{m}$ 。

#### 4.3.2 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,加热至试样溶解,冷却至 20℃,用已于 105~110℃ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,每次用 20℃ 水约 50 mL 洗涤滤渣三次,将带有滤渣的玻璃砂坩埚于 105~110℃ 干燥至质量恒定。

#### 4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量  $X_3$  按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $m_1$ ——水不溶物滤渣的质量, g;

$m$ ——试样的质量, g。

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偏差不得大于 10%。

#### 4.4 游离酸(以 $\text{HNO}_3$ 计)含量的测定

##### 4.4.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,计算游离酸(以  $\text{HNO}_3$  计)的含量。

##### 4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液:  $c(\text{NaOH}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.4.2.2 酚酞指示液: 10 g/L。

##### 4.4.3 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加入新煮沸的水使之溶解,冷却至室温,加入 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色即为终点。保留终点溶液 A 用于游离硝酸铵的测定。

##### 4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离酸(以  $\text{HNO}_3$  计)含量  $X_4$  按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{Vc \times 0.063}{m} \times 100 = \frac{Vc \times 6.3}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:  $V$ ——滴定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——试样的质量, g;

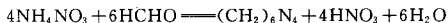
0.063——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的硝酸的质量。

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差不得大于 0.03%。

#### 4.5 游离硝酸铵含量的测定

##### 4.5.1 方法提要

试样中的游离硝酸铵与甲醛反应生成六次甲基四胺和硝酸,硝酸用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,计算游离硝酸铵的含量。



##### 4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 中性甲醛溶液: 加入酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至甲醛溶液呈微红色。

4.5.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液:  $c(\text{NaOH}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

##### 4.5.3 分析步骤

将 4.4.3 中溶液 A,加入中性甲醛溶液 5 mL,放置 5 min,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈

微红色即为终点。

#### 4.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离硝酸铵含量  $X_s$  按式(5)计算:

$$X_s = \frac{Vc \times 0.080 \times 100}{m} = \frac{Vc \times 8.0}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中:  $V$ ——滴定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——试样的质量, g;

0.080——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的硝酸铵的质量。

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差不得大于 0.03%。

### 5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 工业用硝酸胍应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书, 内容包括产品名称、产品等级、生产厂名、厂址、批号或生产日期及本标准编号。

5.3 工业用硝酸胍以每班次生产量为一批。

5.4 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 确定采样单元数, 采样技术应符合 GB/T 6679 的规定。将所采样品混匀后, 按四分法缩分至约 200 g, 分别装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶中。贴上标签并注明产品名称、产品等级、批号、采样日期及采样者姓名。一瓶供检验用, 另一瓶密封, 保留两个月备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍数量的包装单元中采样进行复验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求, 则整批产品为不合格。

### 6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业用硝酸胍用塑料编织袋或铁桶包装, 内衬聚乙烯塑料袋, 袋装净含量 25 kg, 桶装净含量 50 kg。

6.2 工业用硝酸胍包装容器上应有牢固清晰的标志, 内容包括产品名称、商标、生产厂名、厂址、净含量、批号、本标准编号、GB 190 规定的“氧化剂”标志和 GB 191 规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

6.3 工业用硝酸胍运输时应轻装轻卸, 不得敲击, 不得近明火, 不得与可燃物质同车装运, 在运输过程中应有遮盖物, 防止日晒、雨淋、受潮。

6.4 工业用硝酸胍贮存在阴凉、干燥、通风的危险品仓库内, 远离火源或热源。

### 7 安全

硝酸胍是强氧化剂, 与可燃的还原性物料会发生反应, 遇水和潮湿空气会引起燃烧, 遇硫、磷会引起爆炸, 撞击、摩擦、振动时有燃烧爆炸的危险。

## 附录 A

(标准的附录)

## 苦味酸溶液的制备

## A1 试剂和材料

A1.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ ；A1.2 酚红指示液： $0.4\text{ g/L}$ 。称取  $0.04\text{ g}$  酚红，溶于乙醇，用乙醇稀释至  $100\text{ mL}$ 。

## A2 苦味酸溶液的配制与标定

称取  $25\text{ g}$  苦味酸(精确至  $0.01\text{ g}$ )，溶于  $2\,000\text{ mL}$  水中，加热溶解，冷却至  $20^\circ\text{C}$ ，过滤，吸取  $25\text{ mL}$  滤液，置于  $250\text{ mL}$  锥形瓶中，加酚红指示液 2 滴，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色即为终点。此苦味酸溶液的浓度应为  $12.0\sim 12.4\text{ g/L}$ 。

苦味酸溶液的浓度  $X(\text{g/L})$ 按式(A1)计算：

$$X = \frac{V_c \times 0.2291 \times 1\,000}{25} = V_c \times 9.164 \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中： $V$ ——滴定所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积， $\text{mL}$ ； $c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度， $\text{mol/L}$ ；

$0.2291$ ——与  $1.00\text{ mL}$  氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的苦味酸的质量。