

HG

中华人民共和国化工行业标准

有机化工产品

(1999)

1999-06-16 发布

2000-06-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

备案号:3726—1999

HG/T 3264—1999

前 言

本标准由化工行业标准 HG/T 3264—1986《双氰胺》修订而成。

本标准与 HG/T 3264—1986 的主要差异:

未设熔点项目;水分项目名称改为加热减量;含量指标合格品由大于等于 98.0%改为大于等于 98.5%;灰分指标一等品由小于等于 0.15%改为小于等于 0.10%,合格品由小于等于 0.20%改为小于等于 0.15%;钙含量指标一等品由小于等于 300 ppm 改为小于等于 0.040%,合格品由小于等于 350 ppm 改为小于等于 0.050%;水分测定、灰分测定均采用了国家通用试验方法标准;含量测定方法取消了解法。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3264—1986。

本标准由全国化学标准化技术委员会提出。

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:宁夏民族化工(集团)公司、北京化工研究院。

本标准参加起草单位:三明化工总厂电石厂。

本标准主要起草人:石广伟、楼霁、洪国雄、王丽俊、陈美耀。

本标准 1986 年首次发布为专业标准,1997 年转化为化工行业标准,并重新进行了编号。

本标准委托全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

工业双氰胺

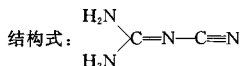
代替 HG/T 3264—1986

Dicyandiamide for industrial use

1 范围

本标准规定了工业双氰胺的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以石灰氮为原料制得的工业双氰胺。该产品主要用于医药、农药、染料和化肥等工业。



分子式: $\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_4$

相对分子质量: 84.08 (按 1997 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/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—88 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—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6284—86 化工产品中水分含量测定的通用方法 重量法

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6679—86 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 9741—88 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)

3 要求

3.1 外观:白色结晶。

3.2 工业双氰胺的质量应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
双氰胺含量, %	≥ 99.5	≥ 99.0	≥ 98.5
加热减量, %	≤ 0.30	≤ 0.50	≤ 0.60
灰分含量, %	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.15
钙含量, %	≤ 0.020	≤ 0.040	≤ 0.050
杂质沉淀试验	合 格		

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验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、GB/T 603 规定制备。

4.1 双氰胺含量的测定

4.1.1 方法提要

在催化剂存在下,用硫酸分解试样,使试样中的氮转化为硫酸铵,再加入氢氧化钠碱化反应产物。用硼酸溶液吸收蒸馏出的氨,用盐酸标准滴定溶液滴定吸收液,以混合指示剂颜色的变化判断滴定终点。根据消耗盐酸标准滴定溶液的体积数,计算试样中双氰胺含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 无水硫酸铜。

4.1.2.2 硫酸钾。

4.1.2.3 硫酸。

4.1.2.4 氢氧化钠溶液:300 g/L。

4.1.2.5 硼酸溶液:30 g/L。

4.1.2.6 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

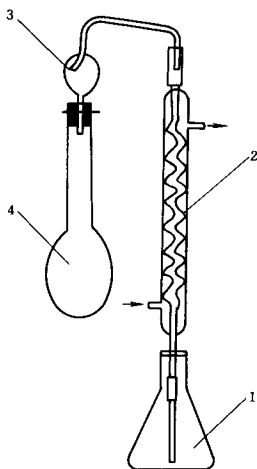
4.1.2.7 甲基红-次甲基蓝混合指示液。

将 1 g/L 次甲基蓝乙醇溶液与 1 g/L 甲基红乙醇溶液按 1+2 体积比混合。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 一般实验室仪器。

4.1.3.2 蒸馏仪器:装配图如图 1 所示。



1—500 mL 锥形瓶;2—冷凝管;3—安全球;4—500 mL 凯氏烧瓶

图 1 蒸馏仪器装配图

4.1.4 分析步骤

取适量试样在 105~110℃干燥 3 h,放入干燥器冷却至室温后研磨。称取上述试样 0.3 g(精确至

0.000 2 g),置于 500 mL 凯氏烧瓶中,加入 5 g 硫酸钾、0.25 g 无水硫酸铜,沿瓶壁加入 10 mL 硫酸,冲洗附着于瓶壁的粉末至瓶中。

将凯氏烧瓶倾斜放置在通风橱内缓缓加热,使溶液温度保持在沸点以下,泡沫停止发生后,逐步升高温度,保持微沸 1 h。冷却后缓缓加入 200 mL 水,摇匀。沿瓶壁缓缓加入 60 mL 氢氧化钠溶液,自成一液层。

按图 1 装好蒸馏装置,使冷凝管 2 下端恰好碰到 500 mL 锥形瓶 1 的底部,锥形瓶 1 内预先放置 100 mL 硼酸溶液和三滴甲基红-次甲基蓝混合指示液。加热蒸馏出 2/3 液体时用 pH 试纸测试,呈中性则停止蒸馏。

用水淋洗冷凝管 2 内壁及下口,洗涤水收集在锥形瓶 1 中。用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变成灰紫色即为终点。

同时做空白试验。

4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的双氰胺含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_0) c \times 0.021\ 02}{m} \times 100 = \frac{(V_1 - V_0) c \times 2.102}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.021 02——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的双氰胺的质量。

4.1.6 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差不得大于 0.2%。

4.2 加热减量的测定

4.2.1 分析步骤

称取 5 g 试样,于 105~110℃ 干燥 3 h。其他按 GB/T 6284 的规定进行。

4.2.2 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差不得大于 0.05%。

4.3 灰分的测定

4.3.1 分析步骤

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g),加入 1 mL 硫酸,灼烧温度为 (850±25)℃,其他按 GB/T 9741 中“固体样品”的规定进行。

4.3.2 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差不得大于 0.01%。

4.4 钙含量的测定

4.4.1 方法提要

试样在碱性介质中,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定。以甲基百里香酚蓝指示剂颜色的变化判断滴定终点,根据消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积数,计算试样中钙含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.4.2.2 三乙醇胺溶液:1+4。

4.4.2.3 氢氧化钠溶液:200 g/L。

4.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.005 \text{ mol/L}$ 。

用标准滴定溶液 $c(\text{EDTA}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 稀释。

4.4.2.5 甲基百里香酚蓝指示剂。

将 1.0 g 甲基百里香酚蓝与 100.0 g 硝酸钾混合研磨均匀,贮存在棕色磨口试剂瓶中。

4.4.3 分析步骤

称取 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 400 mL 烧杯中,加入少量水湿润,加入 10 mL 盐酸溶液,加热至沸 3~5 min,冷却至室温,加水至 200 mL,加入 10 mL 三乙醇胺溶液和约 0.1 g 甲基百里香酚蓝指示剂,在搅拌下加入氢氧化钠溶液至出现稳定蓝色后再过量 0.5~1.0 mL,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至蓝色消失即为终点。同时做空白试验。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的钙(Ca)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) c \times 0.040\ 08}{m} \times 100 = \frac{(V_1 - V_2) c \times 4.008}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_1 ——试样消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.040 08——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的钙的质量。

4.4.5 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差不得大于 0.003%。

4.5 杂质沉淀试验

4.5.1 方法提要

试样中含氮杂质与苦味酸作用生成黄色絮状沉淀,将试样溶液产生的沉淀与标准比对溶液进行比较。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 苦味酸溶液:15 g/L。

4.5.2.2 三聚氰胺标准溶液:每毫升含 1 mg (H_2CN_2)₃。

称取三聚氰胺 0.100 g,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.5.3 分析步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水微热溶解,冷却至室温,加入 30 mL 苦味酸溶液,搅拌 1 min,置于 100 mL 比色管中,放置 30 min。试样溶液沉淀明显程度不得高于标准比对溶液。

标准比对溶液取三聚氰胺标准溶液 2 mL,与试样同时同样处理(无需微热溶解)。

5 检验规则

5.1 工业双氰胺由生产厂的质量检验部门按本标准的规定对产品质量进行检验。生产厂应保证出厂产品符合本标准的要求。使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

每一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、等级、生产厂名、批号或生产日期、批量及本标准编号。

5.2 以同等质量的产品为一批,每批产品不超过 5 t。

5.3 按 GB/T 6678—86 中 6.6 规定确定采样单元数。采样应符合 GB/T 6679—86 中第 2 章的规定。采样时,用采样探子自上向对角斜插至料层深度的 3/4 处采样。将所采试样迅速混合均匀,以四分法缩分至不少于 400 g,分装于两个清洁干燥磨口瓶中。粘贴标签注明:生产厂名称、样品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存 3 个月备查。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法进行。检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍数量的包装单元中采样复检,复检结果如仍有一项指标不符合本标准要求,则该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业双氰胺包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:产品名称、商标、等级、生产厂名和厂址、批号或生产日期、净含量以及本标准编号。

6.2 工业双氰胺采用内衬塑料袋的编织袋或五层牛皮纸制成的纸袋包装。袋口严封,不得泄漏。每袋净含量 (25 ± 0.2) kg。

6.3 工业双氰胺在运输过程中应防雨、防潮,装卸应轻拿、轻放。

6.4 工业双氰胺应存放在干燥、通风、阴凉处。
