

团 体 标 准

T/CCPIA XXXX—XXXX

农药中间体 工业超细双氰胺

Pesticides intermediate—Industrial superfine dicyandiamide

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国农药工业协会 发 布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国农药工业协会提出并归口。

本文件起草单位：XXX。

本文件主要起草人：XXX。

农药中间体 工业超细双氰胺

1 范围

本文件规定了工业超细双氰胺的要求、试验方法、验收、验收期以及标志、包装、储运。
本文件适用于工业超细双氰胺产品的质量控制，也可作为双方贸易、合格评定以及管理活动等的依据。
注：工业超细双氰胺的其它名称、结构式和基本物化参数参见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678 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 12463 危险货物运输包装通用技术条件规定
- GB/T 15258 化学品安全标签编写规定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观

白色粉末，分散性流动性好。

4.2 技术指标

工业超细双氰胺应符合表 1 要求。

表1 农药中间体工业超细双氰胺控制项目指标

| 项 目 | 指 标 |
|-------------|---------|
| 双氰胺含量/% | ≥ 97.50 |
| 分散剂（灰分）/% | ≤ 2.00 |
| 水分/% | ≤ 0.30 |
| D97 粒径/ μ m | ≤ 20.00 |

5 试验方法

警示：使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验，本文件并未指出所有的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

5.1 一般规定

本文件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，在没有其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

5.2 取样

按照 GB/T 6678，用随机数表法确定取样的包装件；最终取样量应不少于 100 g。

5.3 鉴别试验

5.3.1 红外光谱图

工业超细双氰胺标样红外光谱图见图 1。

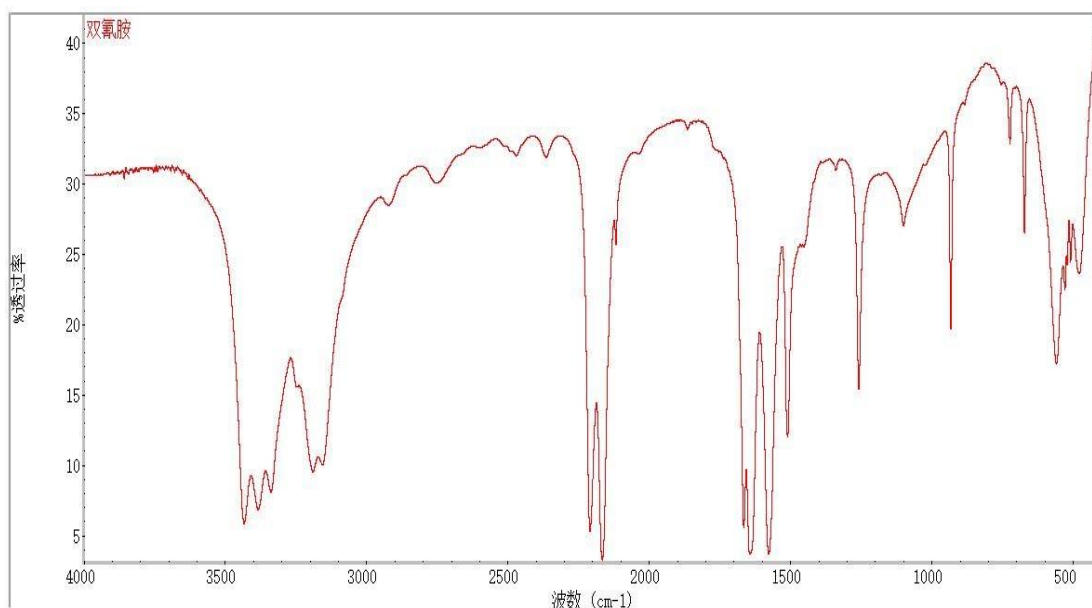


图1 工业超细双氰胺红外光谱图

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 工业超细双氰胺含量的测定

5.5.1 方法提要

在催化剂（无水硫酸铜、硫酸钾）存在下，用硫酸分解试样，使试样中的氮转化为硫酸铵，再加入氢氧化钠反应物，用硼酸溶液吸收蒸馏出的氨，用盐酸标准溶液的体积数，计算试样中双氰胺含量。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 无水硫酸铜。

5.5.2.2 硫酸钾。

5.5.2.3 硫酸：98 %。

5.5.2.4 氢氧化钠溶液：30 %。

5.5.2.5 硼酸溶液：3 %。

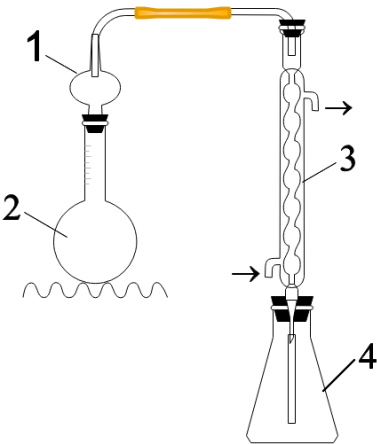
5.5.2.6 盐酸标准溶液： $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.7 甲基红-次甲基蓝混合指示液：将 0.1 % 次甲基蓝乙醇溶液与 0.1 % 甲基红乙醇溶液以 1:2 的体积比混合。

5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 一般实验室仪器。

5.5.3.2 蒸馏仪器：装配图如图 2 所示。



- 标音序号说明：
- 1 —— 安全球；
 - 2 —— 500 mL 圆底烧瓶；
 - 3 —— 冷凝管；
 - 4 —— 500 mL 三角瓶。

图2 蒸馏仪器装配图

5.5.4 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 0.3000 g(精确至0.0002 g)，置于500 mL凯氏烧瓶中，加入 5.0000 g 硫酸钾、0.2500 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。按图装好蒸馏装置，使冷凝管3下端恰好碰到 500 mL三角瓶 4 的底部，三角瓶 4 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。用水淋洗冷凝管内壁及下口，洗涤水收集在三角瓶 4 中。用盐酸标准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。

5.5.5 计算

以质量百分数表示的双氰胺含量(X₁)按式(1)计算：

$$X_1(\%) = \frac{(V-V_0) \times C \times 0.02102}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

- 式中：
- V —— 试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升（mL）；
 - V₀ —— 空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 - C —— 盐酸标准滴定溶液的实际浓度，单位为克每摩尔（g/mol）；
 - M —— 试样的质量，单位为克（g）；

5.5.6 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0.20 %。

5.6 水分的测定

5.6.1 检测方法

称取 5.0 g 试样，于 105~110 ℃ 干燥 3 h。其他按 GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定卡尔费休法（通用方法）的规定进行。

5.6.2 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 %。

5.7 灰分（分散剂）的测定

5.7.1 检测方法

称取 5.00 g 试样(精确至 0.01 g)，加入 1 mL 硫酸，灼烧温度为 $(850 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ ，其他按 GB/T 9741 中“固体样品”的规定进行。

5.7.2 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 %。

6 检验规则

6.1 出厂检验

每批产品均应做出厂检验，经检验合格后签发合格证，方可出厂。出厂检验项目为第4章要求中的所有项目。

6.2 型式检验

型式检验项目为第4章要求中的全部项目，在正常连续生产情况下，每 3 个月至少进行一次。有下述情况之一，应进行型式检验。

- a) 原料有较大改变，可能影响产品质量时。
- b) 生产地址、生产设备或生产工艺有较大变更，可能影响产品质量时。
- c) 停产后又恢复生产时。
- d) 国家法定质量监管机构提出刑事检验要求时。

6.3 判定规则

按第 4 章要求对产品进行出厂检验和型式检验，任一项目不符合指标要求判为该批次产品不合格。

7 标志、包装、储运和验收期

7.1 标志

按 GB/T 191、GB/T 15258 的规定进行工业超细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、生产厂名称和厂址、批号、或生产日期、保质期等内容。

7.2 包装

工业超细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 $(25.0 \pm 0.2) \text{ kg}$ 。

7.3 储存

按 GB/T 12463 的规定，工业超细双氰胺应储存在通风、干燥、阴凉的库房中；在运输过程中应防雨、防潮，装卸应轻拿、轻放。

7.4 验收期

在规定运输和储存条件下，工业超细双氰胺的验收期从生产日期算起：温度在 40°C 以下，储存 24 个月，各项指标符合标准。

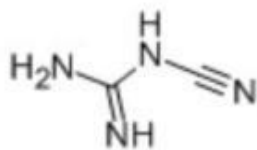
附 录 A

(资料性)

工业超细双氰胺的其他名称、结构式和物化参数

A.1 工业超细双氰胺的其他名称、结构式和物化参数如下：

- 化学名称：工业超细双氰胺；
- CAS 登录号：[461-58-5]；
- 结构式：



- 分子式：C₂H₄N₄；
 - 相对分子质量：84.08；
 - 熔点：209-212 ℃；
 - 溶解性：溶于水，溶于乙醇，微溶于乙醚。
-