



中华人民共和国国家标准

GB/T 25807—2020
代替 GB/T 25807—2010

间脲基苯胺盐酸盐

m-Carbamidoaniline hydrochloride

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 25807—2010《间脲基苯胺盐酸盐》。与 GB/T 25807—2010 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 将“CAS RN”修改为“CAS 号”(见第 1 章,2010 年版的第 1 章);
- 增加了等级和指标(见第 3 章);
- 修改了外观的控制指标(见第 3 章,2010 年版的第 3 章);
- 修改了采样量以及采样表述(见第 4 章,2010 年版的第 4 章);
- 修改了外观的评定方法(见 5.2,2010 年版的 5.2);
- 增加了色谱分析条件的柱温(见 5.4.4.5);
- 将 G3 坩埚式过滤器修改为 G4 坩埚式过滤器(见 5.5.1,2010 年版的 5.5.1);
- 增加了水不溶物测定的允许差(见 5.5.3);
- 修改了包装净含量的表述(见 7.3,2010 年版的 7.2)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位:浙江瑞华化工有限公司、江苏德美科化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人:王小军、蒲爱军、杨国旗、薛岩、柳长江、王斯亮、姬兰琴、阮方平、吕双、鲁国海。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 25807—2010。

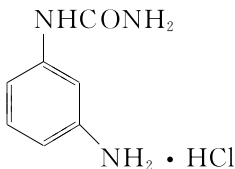
间脲基苯胺盐酸盐

1 范围

本标准规定了间脲基苯胺盐酸盐的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于间脲基苯胺盐酸盐产品的质量控制。

结构式：



分子式： $\text{C}_7\text{H}_9\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HCl}$

相对分子质量：187.63(按 2019 年国际相对原子质量)

CAS 号：59690-88-9

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 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 2381—2013 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

间脲基苯胺盐酸盐的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 间脲基苯胺盐酸盐的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法章条号
		优等品	合格品	
1	外观	白色或灰白色粉末		5.2
2	间脲基苯胺盐酸盐质量分数(氨基值)/%	≥ 80.00	≥ 70.00	5.3
3	纯度/%	≥ 97.50	≥ 96.50	5.4

表 1 (续)

序号	项 目	指 标		试验方法章条号
		优等品	合格品	
4	间苯二胺含量/%	≤2.00	≤3.00	5.4
5	间苯二胺含量/%	≤0.20	≤0.40	5.4
6	水不溶物质量分数/%	≤0.05	≤0.10	5.5

4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。所采产品的包装应完好,采样时不应使外界杂质落入产品中。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品,所采样品总量应不少于 200 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、避光、密封良好的容器中,其上粘贴标签。注明:产品名称、批号、生产厂名称、采样日期、地点。一个供检验,一个保存备查。

5 试验方法

警告——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,并保证符合国家有关法规规定的条件。

5.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

5.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.3 间胺基苯胺盐酸盐的质量分数(氨基值)的测定

5.3.1 方法提要

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸存在下与亚硝酸钠反应生成重氮盐的原理进行测定。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 溴化钾。

5.3.2.2 盐酸。

5.3.2.3 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:1。

5.3.2.4 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 的规定配制和标定,标定时用淀粉-碘化钾试纸指示终点。

5.3.2.5 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

称取间脲基苯胺盐酸盐试样约 0.6 g(精确至 0.000 1 g),置于 300 mL 烧杯中,加入煮沸的 100 mL 热水溶解,加入 30 mL 盐酸溶液,2 g 溴化钾,控制溶液温度为 0℃~5℃,将滴定管尖端插入溶液中,在不断搅拌下,用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定,滴定近终点时把滴定管尖端提离液面,继续滴定直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈,并保持 3 min 不变即为终点。在相同条件下做空白试验。

5.3.4 结果计算

间脲基苯胺盐酸盐的含量(氨基值)以 w 计,按式(1)计算:

$$w = \frac{c[(V - V_0)/1\,000]M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 - V ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 - V_0 ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 - M ——间脲基苯胺盐酸盐的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(C_7H_9N_3O \cdot HCl) = 187.63$];
 - m ——试样的质量数值,单位为克(g);
 - 1 000 ——体积换算系数。
- 计算结果保留到小数点后两位。

5.3.5 允许差

间脲基苯胺盐酸盐的含量(氨基值)两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.20%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 纯度及其有机杂质含量的测定

5.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法,用峰面积归一化法定量。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 液相色谱仪:

- 输液泵:流量范围 0.1 mL/min~5.0 mL/min,在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$;
- 检测器:多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。

5.4.2.2 色谱柱:150 mm×4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} ODS,粒径为 3 μm 。

5.4.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.4.2.4 微量注射器或自动进样器。

5.4.2.5 分析天平:精度为 0.1 mg。

5.4.2.6 微孔过滤膜(水相):孔径为 0.45 μm 。

5.4.2.7 针式过滤器:孔径为 0.45 μm 。

5.4.2.8 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

5.4.3.1 甲醇:色谱纯。

5.4.3.2 水:经微孔过滤膜(水相)过滤。

5.4.3.3 甲醇水溶液:甲醇与水的体积比=10:90。

5.4.3.4 乙酸-乙酸铵缓冲溶液:5 g/L 乙酸铵,1.0 mL/L 乙酸。

5.4.4 色谱操作条件

5.4.4.1 流动相:甲醇与乙酸-乙酸铵缓冲溶液的体积比=10:90。

5.4.4.2 检测波长:254 nm。

5.4.4.3 流量:0.6 mL/min。

5.4.4.4 进样量:5 μ L。

5.4.4.5 柱温:35 $^{\circ}$ C。

5.4.5 试样溶液的配制

称取试样约 30 mg(精确至 0.1 mg),于 50 mL 容量瓶中,用甲醇水溶解并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中振荡、脱气,冷却至室温,进样前用针式过滤器过滤。

5.4.6 测定步骤

可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。开启液相色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,进试样溶液,待出峰完毕后(见图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.7 结果计算

纯度及其有机杂质含量以 w_i 计,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_i ——试样中各组分的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和。

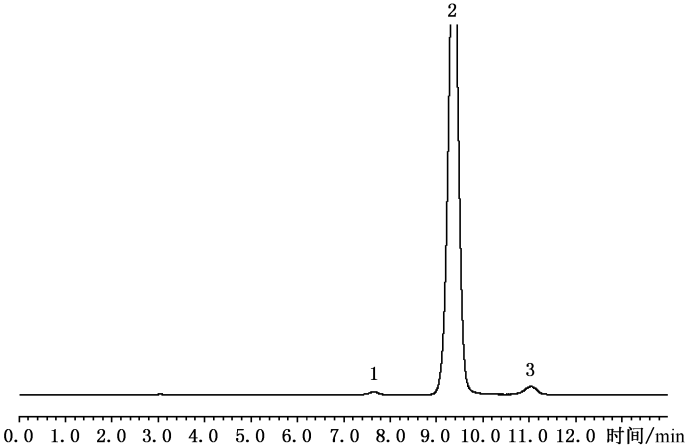
计算结果保留到小数点后两位。如结果小于 0.01%,则保留一位有效数字。

5.4.8 允许差

纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.20%,有机杂质含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱图

色谱示意图见图 1。



说明：
1——间苯二胺；
2——间脲基苯胺；
3——间苯二脲。

图 1 液相色谱示意图

5.5 水不溶物的质量分数测定

5.5.1 仪器

G4 坩埚式过滤器。

5.5.2 测定步骤

称取试样质量为 3 g(精确至 0.000 1 g),用约 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的热水溶解试样和过滤洗涤,用 G4 坩埚式过滤器在 $100^\circ\text{C} \sim 105^\circ\text{C}$ 烘至恒量。

其他按 GB/T 2381—2013 规定进行测定。

5.5.3 允许差

水不溶物的质量分数两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.03%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的全部项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

间脲基苯胺盐酸盐应由生产厂的质量检验部门进行检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂所有出厂的间脲基苯胺盐酸盐均符合本标准的要求。

6.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定时,应重新自两倍量的包装中取样进行检验,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。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

间脲基苯胺盐酸盐的每个包装容器上都应涂印耐久、清晰的标志,标志内容至少应有:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称、地址;
- c) 生产日期;
- d) 净含量。

7.2 标签

间脲基苯胺盐酸盐产品应有标签,标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号和等级。

7.3 包装

间脲基苯胺盐酸盐用内衬黑塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装。每袋净含量 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

间脲基苯胺盐酸盐运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋。

7.5 贮存

间脲基苯胺盐酸盐贮存时应远离火源和火种,放置阴凉干燥处。
