

团体标准

T/CCPIA 233—2023

农药中间体 氰氨化钙

Pesticides intermediate—Calcium cyanamide

2023-05-16 发布

2023-05-16 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：贝利特化学股份有限公司、宁夏贝利特氰胺发展有限公司、宁夏绿色氰胺化学新材料研究院。

本文件主要起草人：李玉忠、王新维、毕超、王金华、宋国强、马志兰、穆宏芳、王永军、李小露、杨威。



农药中间体 氰氨化钙

1 范围

本文件规定了氰氨化钙的技术要求、试验方法、检验规则和验收以及标志、标签、包装、储运。
本文件适用于氰氨化钙产品的质量控制。

注：氰氨化钙的其它名称、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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 15258 化学品安全标签编写规定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

HG/T 5922—2021 工业氰氨化钙（无机化工产品）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

深灰色或黑灰色的粉末或颗粒。

4.2 技术指标

氰氨化钙应符合表1要求。

表1 农药中间体氰氨化钙控制项目指标

| 项 目 | 指 标 | | |
|---------------------------|-------|-------|-------|
| | 优级品 | 一级品 | 合格品 |
| 有效氮（N）/% | ≥22.0 | ≥21.5 | ≥21.0 |
| 游离电石（CaC ₂ ）/% | ≤0.2 | ≤0.3 | ≤0.5 |
| 筛余物（180 μm 试验筛）/% | ≤5.0 | | |

5 试验方法

警告：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 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.2 取样

按照 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定进行，所采样品总量不得少于100 g。

5.3 鉴别试验

红外光谱法——试样与氰氨化钙标样在 $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$ ~ $400\ \text{cm}^{-1}$ 范围的红外吸收光谱应没有明显区别，氰氨化钙标样红外光谱图见图1。

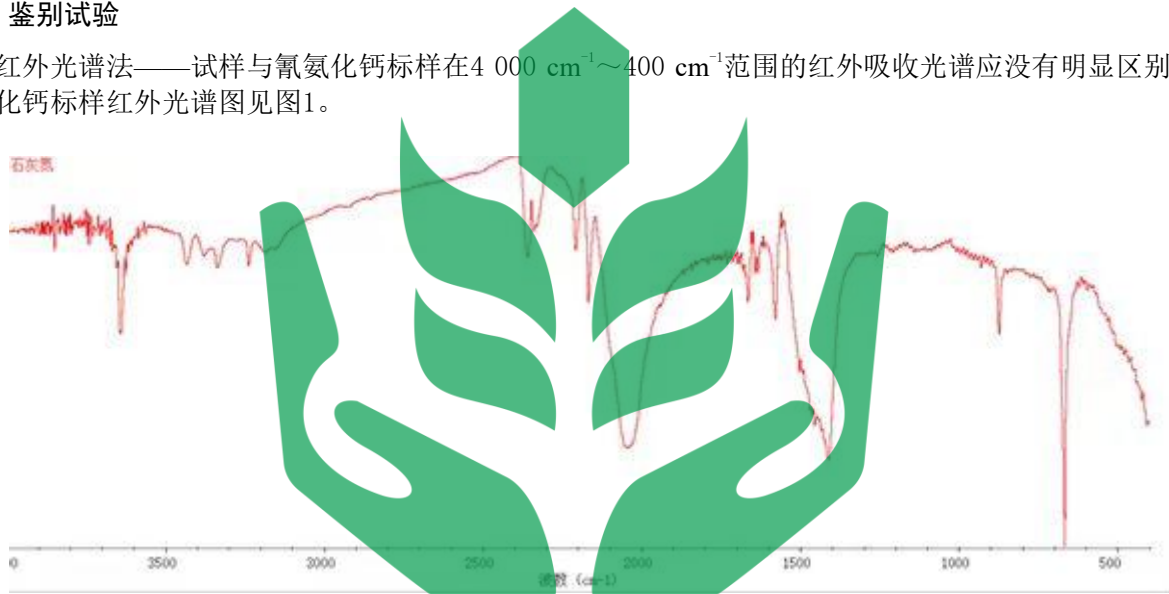


图1 氰氨化钙标样的红外光谱图

5.4 外观的测定

采用目测法测定。

5.5 有效氮含量的测定

5.5.1 方法提要

按 HG/T 5922—2021 中 6.3 规定执行。试样以硝酸分解，在氨性溶液中，用银氨溶液沉淀氰氨基。其沉淀用硝酸溶解后，以铁铵矾为指示剂，用硫氰酸铵标准溶液滴定。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 银氨溶液：将 AgNO_3 溶液与适量 NaOH 溶液混合，然后滴加稀氨水至沉淀刚好溶解。

5.5.2.2 氨水：25%~28%。

5.5.2.3 铁铵矾 ($\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot e(\text{S}_2\text{O})$) 溶液：8 g/L。

5.5.2.4 酚酞：1%酒精溶液。

5.5.2.5 硝酸：65%~68%。

5.5.2.6 硫氰酸铵标准溶液： $c(\text{NH}_4\text{CNS}) = 0.1\ \text{mol/L}$ ，按照 HG/T 3696.1 规定的方法配制与标定。

5.5.2.7 盐酸：36%~38%。

5.5.3 仪器

一般实验仪器。

5.5.4 测定步骤

称取 1.0 g (精确至 0.000 1 g) 研细的试样, 经长颈漏斗转移至 250 mL 容量瓶中, 加入 3 滴酚酞指示液, 以少量水冲洗漏斗, 迅速摇匀。加入 10 mL 硝酸溶液, 摇动后, 放置约 15 min, 加入 10 mL 氨水溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。用中速滤纸干过滤, 弃去最初滤液。移取 25 mL 滤纸滤液于 250 mL 烧杯中, 边搅拌边缓缓加入 42 mL 氨性硝酸银溶液, 搅拌后, 静置 10 min。用中速滤纸过滤, 洗涤沉淀至无 Ag^+ (用盐酸溶液检验, 无沉淀产生)。将沉淀连同滤纸一同移入烧杯中, 加入 10 mL 硝酸溶液使沉淀全部溶解。加入 50 mL 水、1 mL 硫酸铁指示液, 在搅拌的情况下, 用硫氰酸铵标准溶液滴定溶液滴定至溶液出现浅棕色且 30 s 不褪色即为终点。

5.5.5 计算

氰化钙中有效氮含量 X, 以% (质量分数) 表示, 按式 (1) 计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M \times 10^{-3}}{m \times 25 / 250} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

V_1 —— 测试样品时消耗 NH_4SCN 标准溶液 (5.5.2.2) 体积, 单位为毫升 (mL);

V_0 —— 测试空白时耗 NH_4SCN (5.5.2.2) 标准溶液体积, 单位为毫升 (mL);

c —— NH_4SCN 标准溶液 (5.5.2.6) 浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

M —— 每摩尔硫酸氰胺 (NH_4SCN) 相当于氮的量, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M = 14.01$);

m —— 称取样品的质量, 单位为克 (g)。

5.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对值不大于 0.30%。

5.6 游离电石含量测定

按 HG/T 5922—2021 中 6.4 规定执行。

5.7 筛余物的测定

按 HG/T 5922—2021 中 6.5 规定执行。

6 检验规则

6.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目, 应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料, 基本相同的生产条件, 连续生产或同一班组的相同等级的工业氰化钙为一批, 每批产品不超过 50 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数, 采样时, 将采样器自包装袋的上方斜插入料层深度的四分之三处采样。将采得的样品混匀后, 按四分法缩分至不少于 500 g, 分装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶或塑料袋中, 密封。瓶或袋上粘贴标签, 注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品; 另一份保存备查, 保留时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

6.5 检验结果如有指标不符合文件要求, 应重新自两倍量的包装中采样进行复检, 复检结果即使只有一项指标不符合本文件要求, 则整批产品为不合格品。

7 验收期

在规定运输和储存条件下，氰氨化钙的验收期从生产日期算起：温度在40℃以下，湿度≤70% RH，储存24个月，各项指标符合本文件要求。

8 标志、标签、包装

8.1 农药中间体氰氨化钙包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号和 GB 190 中规定的“遇水放出易燃性气体物质”标签及 GB/T 191—2008 表 1 中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的氰氨化钙都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

8.3 农药中间体氰氨化钙采用内衬塑料袋的编织袋包装，根据用户要求按照约定包装。袋口严封，不得泄漏。

9 运输、储存

9.1 农药中间体氰氨化钙本身不燃烧，但遇水或潮气、酸类产生易燃气体并放热，有发生燃烧爆炸的危险，在运输过程中应有遮盖物，保持包装的密封性，防止暴晒、雨淋、受潮。禁止与酸、食物混运。氰氨化钙应储存在通风、干燥、阴凉的库房中，根据吨袋；在运输过程中应防雨、防潮，装卸应轻拿、轻放。

9.2 农药中间体氰氨化钙应储存在阴凉、通风的库房内，防止暴晒、雨淋、受潮。避免与酸、食物混装混储。



CCPIA

附录 A
(资料性)
氰氨化钙的其他名称、结构式和物化参数

氰氨化钙的其他名称、结构式和物化参数如下：

- 化学名称：氰氨化钙；
- CAS 登录号：[156-62-7]；
- 结构式： $\text{Ca}=\text{N}-\text{C}\equiv\text{N}$ ；
- 分子式： CaCN_2 ；
- 相对分子质量：80.10；
- 熔点：1300 °C；
- 溶解性：微溶于水。



中华人民共和国
团体标准
农药中间体 氰氨化钙
T/CCPIA 233—2023

*

中国农药工业协会
(北京市朝阳区农展南里12号通广大厦7层)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccpia.org.cn)

*

2023年5月第1版 2023年5月北京第1次印刷

如有印装差错 由本发行单位调换
联系电话: (010) 84885183