

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号: 45359—2014

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4650—2014

对氨基苯乙醚

p-Phenetidine

2014-05-12 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

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/TC134)归口。

本标准起草单位：泰州市产品质量监督检验所、江苏中丹集团股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：陈妍、季浩、张加东、钱辉、顾杰。

对氨基苯乙醚

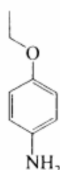
警告:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了对氨基苯乙醚的要求、安全信息、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于对氨基苯乙醚的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_8H_{11}NO$

相对分子质量: 137.18 (按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 94-70-2

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 2008 包装储运图示标志(mod ISO 780:1997)

GB/T 2386 2006 染料及染料中间体 水分的测定

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(mod ISO 3696:1987)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB 12268—2012 危险货物物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

GB/T 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序

3 要求

对氨基苯乙醚的质量应符合表 1 的要求。

表 1 对氨基苯乙醚的质量要求

项 目		指 标		试验方法
		优等品	合格品	
(1) 外观		浅黄色至深红色透明液体		6.2
(2) 对氨基苯乙醚纯度/%	≥	99.00	98.50	6.3
(3) 氯苯胺含量/%	≤	0.40	0.60	6.3
(4) 邻氨基苯乙醚含量/%	≤	0.40	0.60	6.3
(5) 低沸物含量/%	≤	0.60	0.80	6.3
(6) 高沸物含量/%	≤	0.10	0.20	6.3
(7) 水分质量分数/%	≤	0.40	0.50	6.4

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268 2012 规定,对氨基苯乙醚属于 6.1 类毒性物质,UN 号:2311。遇明火、高热可燃。吸入、皮肤接触及吞食能够对人体造成伤害。对眼睛有刺激作用,而且对人体具有累积毒性。使用及搬运过程中应采取必要的防护措施,严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

按 GB/T 16483,对氨基苯乙醚出厂应提供详细的安全技术说明书。安全技术说明书应包括如下内容:

- a) 该产品的危险性信息;
- b) 安全使用方法;
- c) 运输、贮存要求;
- d) 防护措施;
- e) 应急处理措施等。

5 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678 2003 中 7.6 的规定。所采样品的包装必须完好,采样时勿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,所采样品总量不少于 500 mL。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的容器中,其上粘贴标签。注明:产品名称、产品批号、生产厂名称、取样日期、取样地点。一个供检验,另一个保存备查。

6 试验方法

6.1 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 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170 2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

6.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

6.3 对氨基苯乙醚纯度及有机杂质的测定

6.3.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法分离对氨基苯乙醚及其有机杂质,用峰面积归一化法求得对氨基苯乙醚

纯度以及有机杂质的含量。

6.3.2 试剂

6.3.2.1 对氯苯胺。

6.3.2.2 间氯苯胺。

6.3.2.3 邻氯苯胺。

6.3.2.4 邻氨基苯乙醚。

6.3.3 仪器设备

6.3.3.1 气相色谱仪：仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 和 6.4 的规定。

6.3.3.2 检测器：氢火焰离子化检测器(FID)。

6.3.3.3 色谱柱：内径 0.32 mm，长 30 m，膜厚 0.25 μm 的毛细管柱。

6.3.3.4 固定相：(5 % 苯基)甲基聚硅氧烷(如 HP-5 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱)。

6.3.3.5 微量注射器。

6.3.3.6 色谱工作站或积分仪。

6.3.4 色谱操作条件

色谱操作条件见表 2。

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	氮气
载气压力/kPa	70
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	300
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300
补偿气(氮气)流量/(mL/min)	20
分流比	50 : 1
柱温	100 ℃ 保持 3 min，然后以 10 ℃/min 的速度升温至 260 ℃

可根据仪器设备不同，选择最佳分析条件。

6.3.5 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，进试样 0.2 μL ，待出峰完毕后，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。对氯苯胺、邻氯苯胺、间氯苯胺和邻氨基苯乙醚的色谱峰位置用对照品的保留时间确定。对氯苯胺、邻氯苯胺、间氯苯胺含量之和为氯苯胺含量，对氨基苯乙醚色谱峰前除邻氯苯胺、对氯苯胺、间氯苯胺和邻氨基苯乙醚外其他杂质为低沸物，对氨基苯乙醚色谱峰后所有杂质为高沸物。

6.3.6 结果计算

对氨基苯乙醚的纯度及各有机杂质含量以 w_i 计，数值用 % 表示，按公式(1)计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——各组分的峰面积数值；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值的总和。

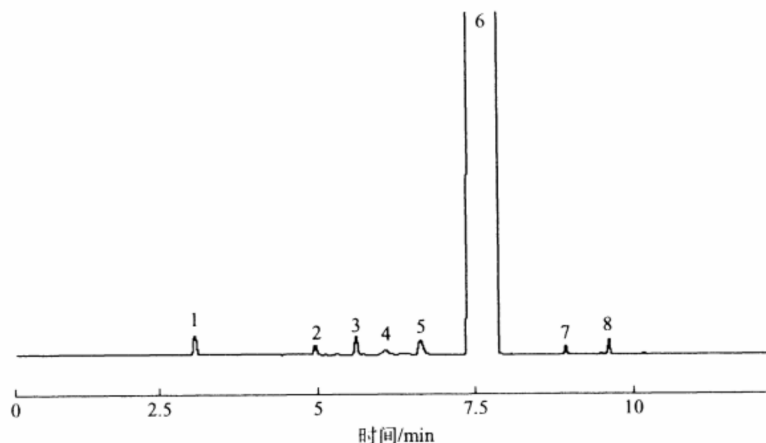
计算结果保留到小数点后 2 位。

6.3.7 允许差

对氨基苯乙醚纯度平行测定结果之差应不大于 0.10 %，各有机杂质平行测定结果相对误差应不大于 10 %，取其算术平均值作为测定结果。

6.3.8 色谱图

色谱图见图 1。



说明：

- 1, 2——低沸物；
- 3——邻氯苯胺；
- 4——对氯苯胺；
- 5——邻氨基苯乙醚；
- 6——对氨基苯乙醚；
- 7, 8——高沸物。

图 1 对氨基苯乙醚气相色谱示意图

6.4 水分质量分数的测定

6.4.1 卡尔·费休法(仲裁法)

按 GB/T 2386—2006 中 3.4 的规定进行。

使用单组分卡尔·费休试剂，进样量 2 g~3 g，溶剂使用无水甲醇。

6.4.2 气相色谱法

6.4.2.1 仪器和试剂

6.4.2.1.1 气相色谱仪：仪器灵敏度及稳定性应符合 GB/T 9722—2006 的规定。

6.4.2.1.2 检测器：热导检测器。

6.4.2.1.3 色谱柱：内径 0.25 mm，长 30 m，膜厚 0.25 μm 的毛细管柱。

6.4.2.1.4 微量注射器：10 μL 。

6.4.2.1.5 固定相：(5 % 苯基)甲基聚硅氧烷(如 HP-5 或其他能够达到分离要求的色谱柱)。

6.4.2.1.6 载气：氢气(经干燥净化处理)。

6.4.2.2 色谱操作条件

色谱操作条件见表 3。

表 3 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	氢气
载气流量/(mL/min)	1.5
检测器温度/℃	260
汽化室温度/℃	260
参比气(氢气)流量/(mL/min)	15
尾吹气(氢气)流量/(mL/min)	7
进样类型	不分流进样
柱温	120℃保持3 min,然后以50℃/min的速度升温至260℃,保持5 min

可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。

6.4.2.3 标样水分的配制

在清洁、干燥的小玻璃瓶内,以对氨基苯乙醚为底液加水(用微量注射器注入),用重量法准确配制所需浓度的标样,充分混匀,用橡皮塞盖紧,并用石蜡封口,放置3 h后与底液同时在色谱仪上进样,准确测量底液中水的峰高和标样中水的峰高。

标样中水分含量以 w_{js} 计,数值用%表示,按公式(2)计算:

$$w_{js} = \frac{w_j h_s}{h_s - h} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_j ——配加水的质量分数,数值用%表示;

h_s ——标样水的峰高数值;

h ——底液水的峰高数值。

底液中的水分要求小于0.1%(质量分数);标样的保存期为半个月。

6.4.2.4 测定步骤

启动仪器,待条件稳定后,用注射器吸取1.0 μ L对氨基苯乙醚试样进样,同时取和被测试样水分相近的标样进样,准确测量试样和标样的峰高。

对氨基苯乙醚中水分含量以质量分数 w_k 计,数值用%表示,按公式(3)计算:

$$w_k = \frac{w_{js} h_k}{h_s} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

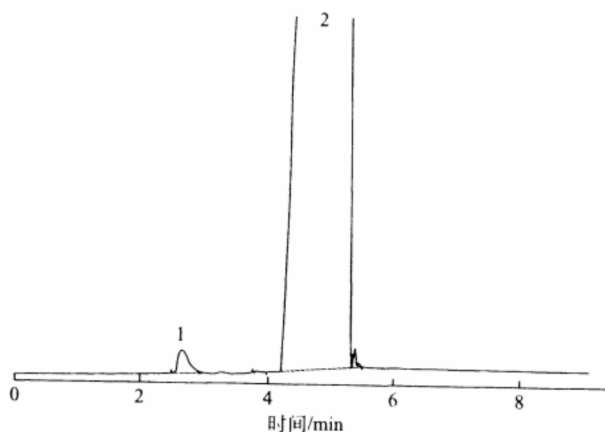
w_{js} ——标样中水分质量分数,数值用%表示;

h_s ——标样中水的峰高数值;

h_k ——试样中水的峰高数值。

6.4.2.5 色谱图

对氨基苯乙醚中水分测定气相色谱图见图2。



说明:

1——水;

2——对氨基苯乙醚。

图2 对氨基苯乙醚中水分测定气相色谱图

6.4.2.6 允许差

两次平行测定结果的相对误差不大于10%，以算术平均值作为分析结果。计算结果保留至小数点后2位。

7 检验规则

7.1 检验分类

本标准第3章表1所列的所有检验项目均为出厂检验项目，应逐批进行检验。

7.2 出厂检验

对氨基苯乙醚应由生产厂的质量检验部门进行检验，合格后附合格证明方可出厂。生产厂应保证所有出厂的对氨基苯乙醚均符合本标准的要求。

7.3 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，则整批产品不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

对氨基苯乙醚的每个包装容器上都应按GB 190和GB/T 191中的有关规定涂印耐久、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) 生产许可证编号和标志(如适用)；
- e) 净含量；
- f) 警示标志(毒性物质)。

8.2 标签

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。

标签的编写应符合GB 15258的规定。

8.3 包装

对氨基苯乙醚用铁桶包装或使用槽、罐包装。使用铁桶包装时每桶净含量 $200\text{ kg} \pm 1.0\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。产品的包装应符合 GB 12463 的有关规定。

8.4 运输

运输时应注意不得接近火源,小心轻放。运输过程中搬运人员必须穿戴好劳动保护用品,应避免皮肤与产品直接接触或吸入体内。

8.5 贮存

贮存应符合 GB 15603 的有关规定。贮存时应远离火源,放置阴凉、干燥处。防止阳光直射。

中华人民共和国

化工行业标准

对氨基苯乙醚

HG/T 4650—2014

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张4 字数17.6千字

2014年9月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1799

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究