

ICS 83.040.20
G 71
备案号: 65402—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4231—2018
代替 HG/T 4231—2011

4-氨基二苯胺

4-Aminodiphenylamine

2018-10-22 发布

2019-04-01 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 给出的规则编写。

本标准代替 HG/T 4231—2011《4-氨基二苯胺》。本标准与 HG/T 4231—2011 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 提高了纯度的技术指标（见表 1，2011 年版的表 1）；
- 修改了加热减量的试验条件（见 4.4，2011 年版的 4.4）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会（SAC/TC35/SC12）归口。

本标准负责起草单位：圣奥化学科技有限公司。

本标准参加起草单位：中国石化集团南京化学工业有限公司、山东尚舜化工有限公司。

本标准主要起草人：李锋伟、陈新民、杜建国、吕咏梅、范秀莉。

本标准于 2011 年首次发布，本次为第一次修订。

4-氨基二苯胺

警示——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。

1 范围

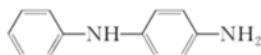
本标准规定了 4-氨基二苯胺的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以硝基苯或对硝基氯化苯和苯胺经缩合还原制成的 4-氨基二苯胺。

化学名称：4-氨基二苯胺

分子式： $C_{12}H_{12}N_2$

结构式：



相对分子质量：184.23（按 2016 年国际相对原子质量）

CAS RN：101-54-2

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—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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/T 11409—2008 橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法

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 15603 通用化学危险品贮存通则

3 技术要求

4-氨基二苯胺的技术要求和相应的试验方法应符合表 1 的规定。

表 1 4-氨基二苯胺的技术要求和相应的试验方法

项 目	指 标	试验方法
外观	灰褐色至紫褐色固体或熔融液体	4.2
结晶点/℃	≥ 70.0	4.3
加热减量 (65℃±2℃)/%	≤ 0.50	4.4
灰分 (750℃±25℃)/%	≤ 0.10	4.5
纯度 (GC法)/%	≥ 99.0	4.6

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有规定，试验中仅使用确认为分析纯的试剂。

试验数据的表示和修约按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 外观的测定

在自然光线下目测。

4.3 结晶点的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.2 的规定进行测定。

两个平行测定值的绝对差值不大于 0.5℃，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 加热减量的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.4 的规定进行测定。电热恒温干燥箱的温度控制在 65℃±2℃。

两个平行测定值的绝对差值不大于 0.04%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 灰分的测定

按 GB/T 11409—2008 中 3.7 的规定进行测定。高温炉的温度控制在 750℃±25℃。试样量约 2 g，精确至 0.000 1 g。

两个平行测定值的绝对差值不大于 0.02%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 纯度的测定

4.6.1 原理

在选定的色谱试验条件下，样品汽化后通过色谱柱将各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测，计算方法采用面积归一化法。

4.6.2 试剂

二氯甲烷 [75-09-2]。

4.6.3 仪器设备

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

- 4.6.3.2 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。
- 4.6.3.3 色谱柱：长 30 m、内径 0.32 mm、膜厚 1.0 μm 的毛细管色谱柱，固定相为（5 % 苯基）甲基聚硅氧烷（或能达到同等分离效果的其他毛细管柱）。
- 4.6.3.4 微量注射器：10 μL。
- 4.6.3.5 色谱工作站。
- 4.6.4 色谱试验条件

色谱试验条件如表 2 所示。

表 2 色谱试验条件

控制参数		试验条件
载气		氮气
载气压力/kPa		60
检测器温度/℃		300
汽化室温度/℃		300
燃烧气（氢气）流量/(mL/min)		35
助燃气（空气）流量/(mL/min)		350
补偿气		氮气
补偿气流量/(mL/min)		30
分流比		30 : 1
升温程序	初始柱温/℃	90
	保持时间/min	0
	升温速率/(℃/min)	15
	最终温度/℃	280
	终温保持时间/min	18
定量方法		面积归一化法
注：上述试验条件中的参数是典型的，可根据仪器不同选择最佳试验条件。		

4.6.5 样品的测定

称取约 0.3 g 样品，精确至 0.000 1 g。置于洁净、干燥的 10 mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，待仪器各项操作条件稳定后，用微量注射器吸取 1 μL 上述试样溶液进样，待出峰完毕后，用色谱工作站进行试验数据处理。

4.6.6 结果计算

4-氨基二苯胺的纯度以质量分数 w 计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：
 A ——4-氨基二苯胺的峰面积；

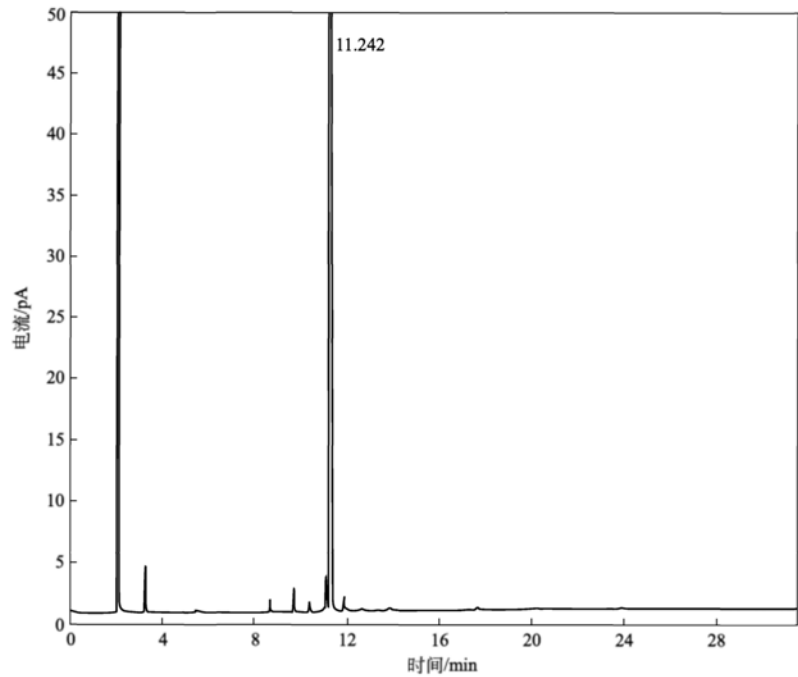
ΣA_i ——各组分的峰面积之和。

4.6.7 允许差

两个连续测定值的绝对差值不大于 0.2 %，取其算术平均值作为测定结果。

4.6.8 色谱图

4-氨基二苯胺样品分析典型色谱图见图 1。



说明：
11.242 min——4-氨基二苯胺。

图 1 4-氨基二苯胺样品分析典型色谱图

5 检验规则

5.1 出厂检验

本标准表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 组批规则

本产品以同一生产周期生产的均匀产品为一批。

5.3 采样

以批为单位采样。熔融液体按 GB/T 6680 中的规定进行。用采样管至容器的底部、中部和上部分别取出一定量的液态样品，采样总量不少于 500 mL；固体样品按 GB/T 6679 的规定采样，采样量不少于 500 g。样品分别装于两个清洁、干燥的容器（或袋）中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样人等，一份供检验部门检验，另一份密闭保存备查。

5.4 合格判定

本产品出厂检验结果全部符合表 1 的要求时，判定该批产品合格。该批产品检验结果若有一项指标不符合表 1 的要求，应重新从同批次产品两倍量的包装件中采样进行全项目复检，复检结果即使只有一项指标不符合表 1 的要求，则判定该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品的包装桶上应印有明显、牢固的标志，内容包括：产品名称、标准编号、生产厂名称、厂址、生产日期、批号、净含量等和符合 GB 190—2009 规定的“危害环境物质和物品标记”。并附有“杂项危险物质和物品”标签，以及符合 GB/T 191—2008 的规定，标明“怕晒”“怕雨”图示标志。

6.2 包装

本产品用清洁、干燥、坚固的 208 L 钢桶包装，每桶净含量 200 kg，也可以根据用户要求采用其他包装形式。同时本产品的包装应符合 GB 12463 的有关规定。

每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：产品名称、标准编号、生产厂名称、批号、生产日期以及 5.1 规定检验项目的检验数据等。

6.3 运输

本产品在运输过程中应防雨、防晒，搬运时轻装、轻卸，防止撞击。

6.4 贮存

本产品的贮存应符合 GB 15603 的有关规定。在规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为 24 个月。

7 安全

根据 GB 12268—2012 的规定，本产品属于第 9 类“杂项危险物质和物品，包括危害环境物质”。操作时要穿戴好个人防护用品，防止皮肤直接接触，应避免产品释放到环境中。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

4-氨基二苯胺

HG/T 4231—2018

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 $\frac{3}{4}$ 字数15.1千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2568

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：14.00元

版权所有 违者必究