

ICS 71.080.30
G 17
备案号: 53201—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4875—2016

工业用 2-氨基吡啶

2-Aminopyridine for industrial use

2016-01-15 发布

2016-07-01 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。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准负责起草单位：安徽国星生物化学有限责任公司、红太阳集团有限公司。

本标准参加起草单位：南京红太阳股份有限公司、安徽星宇化工有限公司。

本标准主要起草人：汤飞荣、刘善和、张升、刘奎涛、邢平、胡玉兵、杨红兵。

工业用 2-氨基吡啶

警告：本标准并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

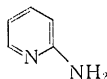
1 范围

本标准规定了工业用 2-氨基吡啶的要求，试验方法，检验规则，标志、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于以吡啶、氨基钠等为原料，通过齐齐巴宾反应制得的工业用 2-氨基吡啶。

分子式： $C_5H_6N_2$

结构式：



相对分子质量：94.12（按 2011 年国际相对原子质量）

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 包装储运图示标志

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观：类白色至淡黄色结晶体。

3.2 工业用 2-氨基吡啶应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
2-氨基吡啶, $w/\%$	≥ 99.0
水, $w/\%$	≤ 0.50
熔点范围/ $^{\circ}\text{C}$	56.5~58.1

4 试验方法

警告：试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2 外观的测定

取适量样品置于透明样品袋或表面皿中，在日光灯或日光下目测。

4.3 2-氨基吡啶含量的测定

4.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品经汽化通过毛细管色谱柱，使其中各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测。根据待测组分与内标物质的峰面积进行比较，采用内标法定量。

4.3.2 试剂

- 4.3.2.1 氢气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。
- 4.3.2.2 氮气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。
- 4.3.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。
- 4.3.2.4 甲醇。
- 4.3.2.5 苯甲酸乙酯：质量分数不小于 99.5 %，不应含有干扰分析的杂质。
- 4.3.2.6 2-氨基吡啶标准物质：质量分数不小于 99.5 %。

4.3.3 仪器

- 4.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定，线性范围满足分析要求。
- 4.3.3.2 记录仪：色谱数据处理机或色谱工作站。
- 4.3.3.3 进样器：微量进样器，1 μL 。

4.3.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。2-氨基吡啶含量测定的典型毛细管柱色谱图见附录 A 图 A.1，各组分相对保留值见附录 A 表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	固定相为涂渍 5 %苯甲基硅酮的弹性石英毛细管柱
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.25 μm
柱温/℃	155
汽化室温度/℃	230
检测器温度/℃	230
载气(N ₂)流量/(mL/min)	2.0
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
分流比	30 : 1
进样量/μL	0.2
内标物	苯甲酸乙酯

4.3.5 分析步骤

启动气相色谱仪，按表 2 所列色谱操作条件调试仪器，稳定后用进样器进样分析，用色谱数据处理机或积分仪处理计算结果。

4.3.5.1 内标溶液的制备

称取苯甲酸乙酯约 0.4 g，精确至 0.000 1 g。置于 50 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，作为内标溶液。

4.3.5.2 标样溶液的制备

称取 2-氨基吡啶标样约 0.09 g，精确至 0.000 1 g。置于 15 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.3.5.3 试样溶液的制备

称取含 2-氨基吡啶约 0.09 g 的试样，精确至 0.000 1 g。置于 15 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管准确加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.3.5.4 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针 2-氨基吡啶与内标物峰面积之比的重复性。待相邻两针 2-氨基吡啶与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2 %时，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.6 结果计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针溶液中 2-氨基吡啶与内标物的峰面积之比分别进行平均。

试样中 2-氨基吡啶的质量分数 w_1 ，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{r_2 m_1 w_s}{r_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

(7)3

HG/T 4875—2016

式中：

r_1 ——标样溶液中 2-氨基吡啶与内标物峰面积比的平均值；

r_2 ——试样溶液中 2-氨基吡啶与内标物峰面积比的平均值；

w_s ——标样中 2-氨基吡啶的质量分数，以 % 表示；

m_1 ——标样的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.0 %。

4.4 水分的测定

按 GB/T 6283 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的相对差值不大于 10 %。

4.5 熔点范围的测定

按 GB/T 617 中 4.2 熔点仪方法进行测定。

5 检验规则

5.1 出厂检验项目为外观和表 1 规定的所有项目。应逐批进行检验。

5.2 在原材料、工艺不变的条件下，以同等质量的产品为一批或每一集装罐盛装的产品为一批。

5.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行。所取实验室样品总量不得少于 100 g。将实验室样品混合均匀，分成两份，分装于两个清洁、干燥的试样瓶中，贴上标签，注明产品名称、批号、取样日期、取样地点、取样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶留样备查，避光保存。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果如有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品应为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用 2-氨基吡啶产品包装容器上应涂有牢固的标志，其内容包括：

- 产品名称；
- 生产厂名称、厂址；
- 商标；
- 批号或生产日期；
- 净含量；
- 本标准编号；
- 符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”和符合 GB/T 191 规定的“怕潮”标志。

6.1.2 每批出厂的工业用 2-氨基吡啶都应附有质量合格证明，其内容至少包括：

- 生产厂名称；
- 产品名称；
- 批号和/或生产日期；
- 检验结论；
- 本标准编号。

6.2 包装

工业用 2-氨基吡啶需使用黑色聚乙烯涂膜内袋包装，或用蓝色塑料桶包装，应严加密封。

6.3 运输

工业用 2-氨基吡啶在运输过程中不得雨淋、水浸、曝晒，装卸时轻拿、轻放，保证包装的完整，防止破损。

6.4 贮存

工业用 2-氨基吡啶应贮存在干燥、清洁、通风的库房内，避免受潮、雨淋，远离热源、火花、明火、热表面，保持容器密闭。

7 安全

7.1 危险警告

2-氨基吡啶是类白色至淡黄色结晶体，遇明火能燃烧，受热分解放出有毒气体，闪点为 92℃。2-氨基吡啶易经皮肤吸收，接触本品对眼、鼻、喉有刺激作用，吸入或经皮肤吸收出现头痛、头昏、恶心、呕吐、四肢无力、惊厥、昏迷，甚至引起死亡。

7.2 安全措施

7.2.1 急救措施

应避免直接接触 2-氨基吡啶。皮肤接触：脱去污染的衣着，用大量流动清水冲洗，就医；眼睛接触：提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗，就医；食入：饮足量温水，催吐，就医。

7.2.2 消防措施

可用泡沫、干粉、二氧化碳、砂土灭火。

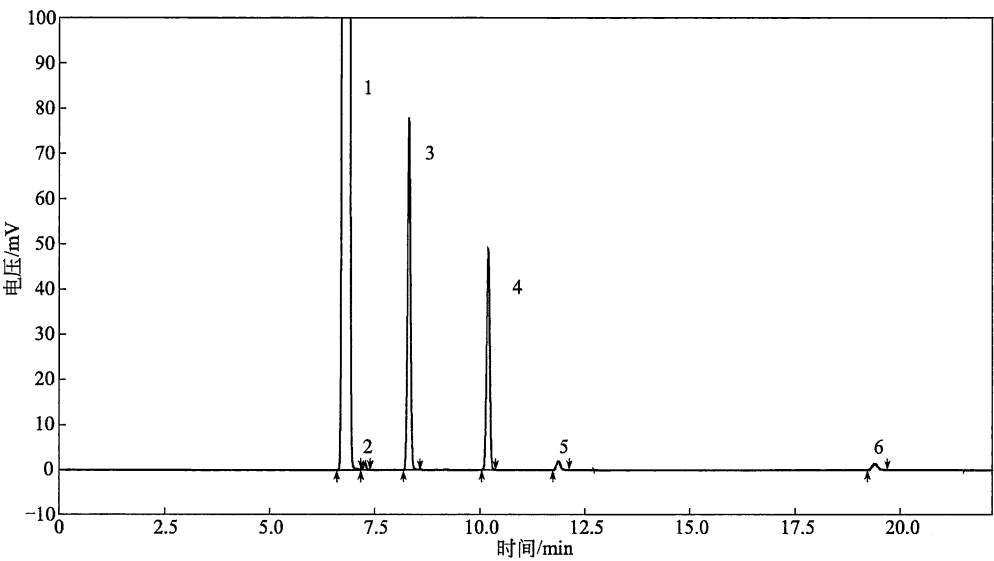
附 录 A

(规范性附录)

2-氨基吡啶含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A. 1 2-氨基吡啶含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A. 1。



说明：
1——甲醇；
2——甲苯；
3——2-氨基吡啶；
4——苯甲酸乙酯；
5——2,6-二氨基吡啶；
6——2,2'-联吡啶。

图 A. 1 2-氨基吡啶典型色谱图

A. 2 各组分相对保留值

各组分保留时间及相对保留值参考值见表 A. 1。

表 A. 1 各组分保留时间及相对保留值

峰号	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	甲醇	6.807	0.667
2	甲苯	7.271	0.712
3	2-氨基吡啶	8.321	0.815
4	苯甲酸乙酯	10.205	1.000
5	2,6-二氨基吡啶	11.874	1.164
6	2,2'-联吡啶	19.408	1.902