

ICS 71.080.30
G 17
备案号: 53202—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4876—2016

工业用 3-氨基吡啶

3-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：江苏中邦制药有限公司、安徽星宇化工有限公司、河北亚诺化工股份有限公司。

本标准主要起草人：韦琛鸿、谷顺明、张升、李新明、刘奎涛、邢平、汤飞荣、龚武。

工业用 3-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。

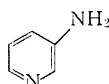
1 范围

本标准规定了工业用 3-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 3-氰基吡啶或烟酰胺为原料，通过霍夫曼降解反应制得的工业用 3-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 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

3 要求

3.1 外观：类白色或浅黄色至棕色结晶。

3.2 工业用 3-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
3-氨基吡啶， $w/\%$	≥ 99.0
水， $w/\%$	≤ 0.50
熔点范围/ $^{\circ}C$	58.0~63.0

HG/T 4876—2016

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

在自然光或荧光灯下，将适量样品平摊在清洁的白纸上，目视观察。

4.3 3-氨基吡啶含量的测定

4.3.1 方法提要

采用高效液相色谱法。使用定量进样阀将样品溶液注入色谱系统，通过色谱柱使样品溶液中各组分分离，用紫外吸收检测器检测，采用外标法定量，计算得到样品中 3-氨基吡啶的含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 甲醇：色谱纯，质量分数 $\geq 99.9\%$ 。

4.3.2.2 水：新蒸二次蒸馏水。

4.3.2.3 磷酸溶液：1+1。现配现用。

4.3.2.4 三乙胺。

4.3.2.5 庚烷磺酸钠：质量分数 $\geq 98.0\%$ 。

4.3.2.6 3-氨基吡啶标准物质：质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 高效液相色谱仪：具有紫外可变波长的检测器。

4.3.3.2 色谱工作站。

4.3.3.3 超声波清洗器。

4.3.3.4 微量注射器：50 μL 。

4.3.3.5 分析天平：感量 0.01 mg。

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。3-氨基吡啶含量测定的典型高效液相色谱图见附录 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	ODS C ₁₈ 液相色谱柱（或具有相同柱效的其他色谱柱）
柱长×柱内径	150 mm×6.0 mm (i. d.)
流动相	称取 1.0 g 庚烷磺酸钠，溶于 700 mL 二次蒸馏水中，加入 300 mL 甲醇和 0.5 mL 三乙胺，用磷酸溶液调 pH 值至 2.5，混合均匀后，用 0.45 μm 滤膜过滤，超声 10 min
柱温度/℃	35
流速/(mL/min)	1.0
检测波长/ nm	254
进样量/μL	10

4.3.5 分析步骤

4.3.5.1 标样溶液的制备

称取 3-氨基吡啶标样约 0.02 g，精确至 0.01mg。置于 100 mL 容量瓶中，超声溶解。冷却至室温，用水定容至刻度，摇匀。准确移取 1.0 mL，定容至 100 mL 容量瓶中。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含 3-氨基吡啶约 0.02 g 的试样，精确至 0.01 mg。置于 100 mL 容量瓶中，超声振荡使试样充分溶解。冷却至室温，用水定容至刻度，摇匀。准确移取 1.0 mL，定容至 100 mL 容量瓶中。

4.3.5.3 测定

在选定的色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，将标样溶液和试样溶液分别进样，以外标法定量，计算组分含量。

4.3.6 结果计算

3-氨基吡啶的质量分数 w_1 ，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_2 m_1 w}{A_1 m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w ——3-氨基吡啶标样的质量分数，以 % 表示；
- A_1 ——标样溶液中 3-氨基吡啶的峰面积；
- A_2 ——试样溶液中 3-氨基吡啶的峰面积；
- 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 规定的直接滴定法（电量法）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绝对差值不大于其算术平均

HG/T 4876—2016

值的 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 第 3 章要求中 3.1 外观和 3.2 表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。出厂检验每批进行一次。
- 5.2 工业用 3-氨基吡啶应由生产厂的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准要求。
- 5.3 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。
- 5.4 工业用 3-氨基吡啶的采样单元数按 GB/T 6678 的规定确定。
- 5.5 工业用 3-氨基吡啶采样应按 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。
- 5.6 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 3-氨基吡啶包装容器上应有牢固清晰的标志,其内容包括:
- a) 产品名称;
 - b) 生产厂名称、厂址;
 - c) 商标;
 - d) 批号或生产日期;
 - e) 净含量;
 - f) 本标准编号;
 - g) 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 3-氨基吡啶都应附有质量合格证明,其内容至少包括:
- a) 生产厂名称;
 - b) 产品名称;
 - c) 批号和/或生产日期;
 - d) 检验结论;
 - e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用 3-氨基吡啶需使用黑色聚乙烯涂膜内袋包装,外用编织袋或蓝色塑料桶包装,应严加密封。

6.3 运输

工业用 3-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 3-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

3-氨基吡啶遇明火、高热可燃；其粉末与空气可形成爆炸性混合物，当达到一定浓度时遇火星会发生爆炸。有毒，对皮肤、黏膜有刺激作用，并有麻醉作用。

7.2 安全措施

7.2.1 急救措施

应避免直接接触 3-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

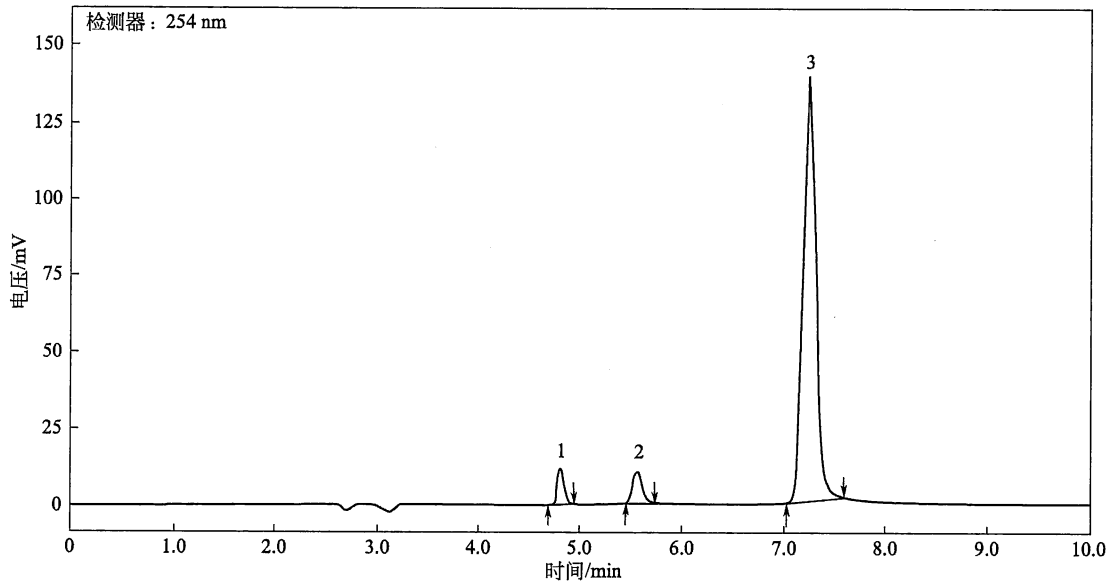
可用雾状水、泡沫、干粉、二氧化碳、砂土灭火。

附 录 A
(规范性附录)

3-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 3-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——烟酸；
2——烟酰胺；
3——3-氨基吡啶。

图 A.1 3-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	烟酸	4.8	0.66
2	烟酰胺	5.6	0.77
3	3-氨基吡啶	7.3	1.00