

ICS 71.080.30
G 17
备案号: 53203—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4877—2016

工业用 4-氨基吡啶

4-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：邢平、顾福海、韦琛鸿、张升、李新明、刘奎涛、汤飞荣、龚武。

工业用 4-氨基吡啶

警告：本标准并不旨在说明与其使用有关的安全问题，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。

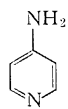
1 范围

本标准规定了工业用 4-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 4-氰基吡啶或异烟酰胺为原料，通过霍夫曼降解反应制得的工业用 4-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 4-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
4-氨基吡啶， $w/\%$	≥ 99.0
水， $w/\%$	≤ 0.50
异烟酸， $w/\%$	≤ 0.1
熔点范围/ $^{\circ}C$	158.0~162.0

HG/T 4877—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 4-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 4-氨基吡啶的含量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 甲醇：色谱纯，纯度 $\geq 99.9\%$ 。

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：分析纯。

4.3.2.5 庚烷磺酸钠：纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.3.2.6 4-氨基吡啶标准物质：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

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和定量进样阀。

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 定量进样管：10 μL 。

4.3.3.6 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。4-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	内装 ODS C ₁₈ 液相色谱柱（或具有相同柱效的其他反相色谱柱）
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	240
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 4-氨基吡啶标样约 0.02 g，精确至 0.01 mg。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，定容到 100 mL 容量瓶中。

4.3.5.2 试样溶液的制备

称取含 4-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，定容到 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

4-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 ——4-氨基吡啶标样的质量分数，以 % 表示；
- A_1 ——标样溶液中 4-氨基吡啶的峰面积；
- A_2 ——试样溶液中 4-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 异烟酸含量的测定

4.4.1 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

HG/T 4877—2016

离，用紫外吸收检测器检测，采用外标法定量，计算得到样品中异烟酸的含量。

4.4.2 试剂

- 4.4.2.1 甲醇：色谱纯，纯度 $\geq 99.9\%$ 。
- 4.4.2.2 水：新蒸二次蒸馏水。
- 4.4.2.3 磷酸溶液：1+1。现配现用。
- 4.4.2.4 异丙醇溶液：纯度 $\geq 99.7\%$ 。
- 4.4.2.5 庚烷磺酸钠：纯度 $\geq 98.0\%$ 。
- 4.4.2.6 异烟酸标准物质：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.4.3 仪器

- 4.4.3.1 高效液相色谱仪：具有紫外可变波长的检测器和定量进样阀。
- 4.4.3.2 色谱工作站。
- 4.4.3.3 超声波清洗器。
- 4.4.3.4 微量注射器：50 μL 。
- 4.4.3.5 分析天平：感量 0.01 mg。

4.4.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 3。异烟酸含量测定的典型高效液相色谱图见附录 A 图 A. 2，各组分相对保留值见附录 A 表 A. 2。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 3 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	内装 ODS C ₁₈ 液相色谱柱（或具有相同柱效的其他反相色谱柱）
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 910 mL 二次蒸馏水中，加入 70 mL 甲醇和 20 mL 异丙醇，用磷酸溶液调 pH 值至 2.2，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	261
进样量/ μL	10

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取异烟酸标样约 0.02 g，精确至 0.01 mg。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，定容到 100 mL 容量瓶中。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取约 0.2 g 试样，精确至 0.01 mg。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。

4.4.5.3 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。

4.4.6 结果计算

异烟酸的质量分数 w_2 ，数值以 % 表示，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{A_4 m_3 w_3}{A_3 m_4 \times 100} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w_3 ——异烟酸标样的质量分数，以 % 表示；
- A_3 ——标样溶液中异烟酸的峰面积；
- A_4 ——试样溶液中异烟酸的峰面积；
- m_3 ——异烟酸标样的质量的数值，单位为克 (g)；
- m_4 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；
- 100——标样溶液稀释倍数。

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 10.0 %。

4.5 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值的 10 %。

4.6 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 4-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，以每批投料的均匀产品为一批或每一集装罐盛装的产品为一批。
- 5.4 工业用 4-氨基吡啶的采样单元数按 GB/T 6678 的规定确定。
- 5.5 工业用 4-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 4-氨基吡啶包装容器上应有牢固清晰的标志，其内容包括：

HG/T 4877—2016

- 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 4-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 4-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 4-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 4-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，保持容器密闭。

7 安全

7.1 危险警告

4-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。与强氧化剂接触可发生化学反应。对眼睛、黏膜和皮肤有刺激性。食入后引起腹部不适、恶心、呕吐、虚弱、头昏和多汗，严重者发生抽搐，甚至呼吸停止。

7.2 安全措施

7.2.1 急救措施

应避免直接接触 4-氨基吡啶。皮肤接触：立即脱去污染的衣着，用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤，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：用水漱口，催吐，给饮牛奶或蛋清，就医。

7.2.2 消防措施

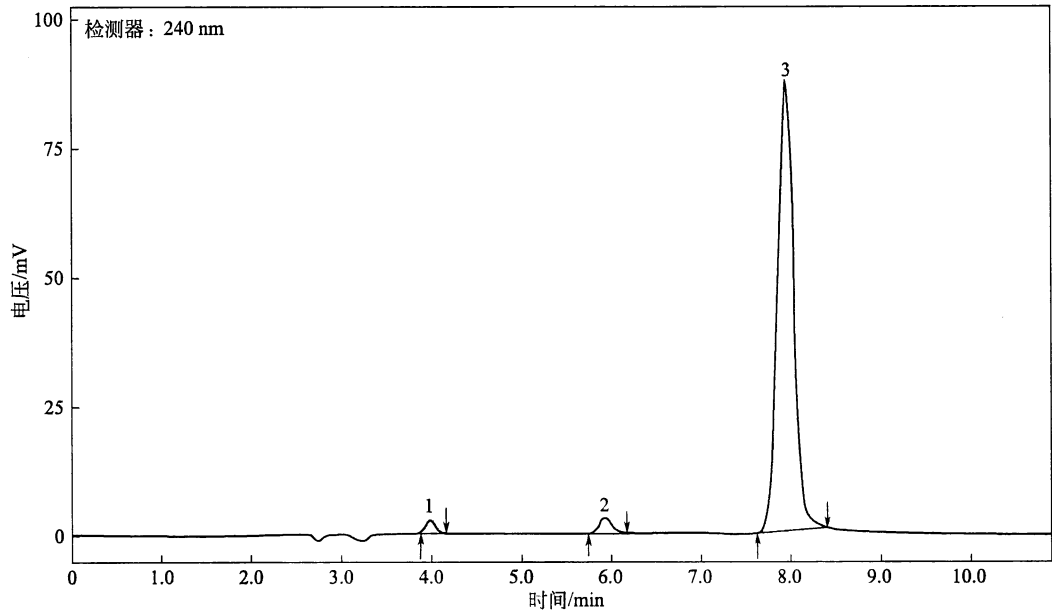
可用泡沫、干粉、二氧化碳、砂土灭火。

附 录 A
(规范性附录)

4-氨基吡啶含量和异烟酸含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

A. 1 4-氨基吡啶含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

典型色谱图见图 A. 1。各组分保留时间及相对保留值参考值见表 A. 1。



说明：
1——异烟酸；
2——异烟酰胺；
3——4-氨基吡啶。

图 A. 1 4-氨基吡啶典型色谱图

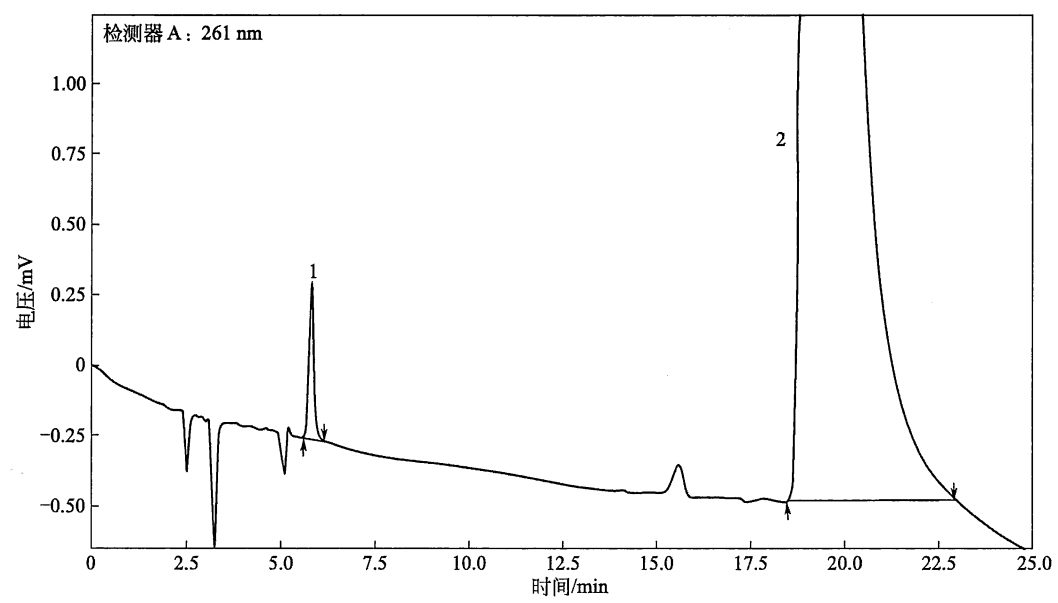
表 A. 1 各组分保留时间及相对保留值

峰号	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	异烟酸	4.0	0.51
2	异烟酰胺	5.9	0.75
3	4-氨基吡啶	7.9	1.00

A. 2 异烟酸含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

典型色谱图见图 A. 2。各组分保留时间及相对保留值参考值见表 A. 2。

HG/T 4877—2016



说明：
1——异烟酸；
2——4-氨基吡啶。

图 A. 2 异烟酸典型色谱图

表 A. 2 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	异烟酸	5.8	1.0
2	4-氨基吡啶	19.4	3.3