

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10

G 56

备案号: 30204—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3395—2010

代替 HG/T 3395—1999

2,4-二氨基甲苯

2,4-Diaminotoluene

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》进行编制。

本标准代替 HG/T 3395—1999《2,4-二氨基甲苯》。

本标准与 HG/T 3395—1999 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN:95-80-7(见 1)；
- 增加了气相色谱法测定 2,4-二氨基甲苯纯度的指标及方法(见 3.6.4)；
- 2,4-二氨基甲苯干品结晶点一等品指标由 96.4℃调整为 96.5℃(见 3,1999 年版的 3)；
- 2,4-二氨基甲苯含量一等品指标由 98.5%调整为 98.80%(见 3,1999 年版的 3)；
- 增加了“安全信息”的规定(见 4)；
- 对采样进行了规范(见 5,1999 年版的 4)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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：沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：朴克壮。

本标准所代替的标准历次版本发布情况为：

- HG 2-374—1966；
- HG 2-374—1980；
- HG/T 3395—1980；
- HG/T 3395—1999。

2,4-二氨基甲苯

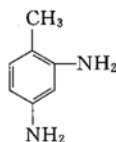
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 2,4-二氨基甲苯的要求、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 2,4-二氨基甲苯的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_7H_{10}N_2$

相对分子质量: 122.17 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 95-80-7

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

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

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 2385—2007 染料中间体 结晶点测定通用方法

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 危险货物物品名表(联合国危险货物运输, NEQ)

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 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序

3 要求

2,4-二氨基甲苯质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2,4-二氨基甲苯的质量要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
(1)外观	深棕色或灰绿色结晶	
(2)2,4-二氨基甲苯的质量分数(偶合法)/%	≥ 98.80	98.50
(3)2,4-二氨基甲苯纯度(GC)/%	≥ 99.00	98.50
(4)干品结晶点/℃	≥ 96.5	96.0

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268, 2,4-二氨基甲苯为 6.1 类毒害品, 危险品编号为 CN:61800, 遇明火、高热能引起燃烧, 有刺激性气味, 对黏膜、呼吸道及皮肤有刺激作用。吸入、摄入或经皮肤吸收可引起中毒。使用及搬运时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 16483, 该产品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:

- 该产品的危险性信息;
- 安全使用方法;
- 运输、储存要求;
- 防护措施;
- 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。所采样品应具有代表性, 采样总量不得少于 500 g。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、批号、生产厂名称、取样日期、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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 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 2,4-二氨基甲苯含量的测定

6.3.1 测定原理

采用偶合法。利用芳香族伯胺重氮盐与氨基化合物发生偶合反应, 定量生成偶氮化合物, 来测定 2,4-二氨基甲苯的含量。反应终点用滤纸上的润圈相交处所显示的颜色来判定。

6.3.2 试剂和溶液

- 对氯苯胺;
- 盐酸;
- 氯化钠;
- 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2) = 0.5 \text{ mol/L}$, 终点判定用淀粉-碘化钾试纸;

- e) 乙酸钠溶液:200 g/L;
- f) 溴化钾溶液:100 g/L;
- g) 淀粉-碘化钾试纸;
- h) 刚果红试纸;
- i) 中速定性滤纸;
- j) H-酸碱性溶液:称取粉状 H-酸工业品 0.5 g,溶于 100 mL 50 g/L 的碳酸钠溶液中。

6.3.3 对氯苯胺重氮盐 $[c(\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2\text{N}_3)=0.1 \text{ mol/L}]$ 标准滴定溶液的配制

6.3.3.1 对氯苯胺盐酸盐 $[c(\text{C}_6\text{H}_7\text{Cl}_2\text{N})=0.5 \text{ mol/L}]$ 标准溶液的配制

称取 64 g 对氯苯胺,加 150 mL 盐酸、200 mL 水,搅拌并加热使之溶解,待全溶并冷却至室温后移入 1000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,放置过夜后过滤。

6.3.3.2 对氯苯胺盐酸盐 $[c(\text{C}_6\text{H}_7\text{Cl}_2\text{N})=0.5 \text{ mol/L}]$ 标准溶液的标定

准确吸取上述配制的对氯苯胺盐酸盐溶液 50.00 mL,移入 400 mL 烧杯中,加 20 mL 水及 20 mL 溴化钾溶液,冷却至 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$ 。然后把滴定管尖端插入溶液中,在不断搅拌下,将亚硝酸钠标准滴定溶液(占总需要量的 95 %左右)一次加入。然后把滴定管尖端提离液面,逐滴加入亚硝酸钠标准滴定溶液,直至使淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色,在 3 min 后用同样方法检验仍呈微蓝色,即为终点。

对氯苯胺盐酸盐标准溶液的浓度以 c_1 计,数值用 mol/L 表示,按式(1)计算:

$$c_1 = \frac{cV_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——消耗的亚硝酸钠标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

V ——对氯苯胺盐酸盐溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

6.3.3.3 对氯苯胺重氮盐 $[c(\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2\text{N}_2)=0.1 \text{ mol/L}]$ 标准滴定溶液的配制

准确吸取 50.00 mL 对氯苯胺盐酸盐标准溶液,置于 250 mL 棕色容量瓶中,加入 5 mL 盐酸和 25 mL 溴化钾溶液,冷却至 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$ 。在搅拌下逐滴加入 50.00 mL 亚硝酸钠标准滴定溶液(应预先冷却至 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$),并在冰浴中冷却 30 min。所得溶液用碘化钾-淀粉试纸试验应呈微蓝色,用刚果红试纸试验应呈蓝色,然后加入预冷至 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$ 的水稀释至刻度,置于暗处的冰浴中备用。该标准溶液应现用现配,有效使用时间不超过 4 h。

对氯苯胺重氮盐标准滴定溶液的浓度以 c_2 计,数值用 mol/L 表示,按式(2)计算:

$$c_2 = \frac{c_1V_2}{V_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_1 ——对氯苯胺盐酸盐标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——吸取对氯苯胺盐酸盐标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——对氯苯胺盐酸盐标准滴定溶液稀释后体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

6.3.4 测定步骤

称取 0.3 g 研细的 2,4-二氨基甲苯试样(精确至 0.000 2 g)置于 400 mL 烧杯中,加入 6 mL 乙酸钠溶液使之溶解,加 100 mL 水。用冰水冷却至 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$,用带冰水夹套的滴定管,以对氯苯胺重氮盐标准滴定溶液滴定。当滴定接近终点时,加入 10 g 氯化钠,取一滴偶合液在滤纸上与对氯苯胺重氮盐溶液相遇的润圈不显色,而与 H-酸碱性溶液相遇 5 s~10 s 呈橘红色,即为终点。

6.3.5 结果计算

2,4-二氨基甲苯的含量以质量分数 w_1 计,数值用 % 表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{c_2(V_4/1\,000)M}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_2 ——对氯苯胺重氮盐标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_4 ——消耗对氯苯胺重氮盐标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

M ——2,4-二氨基甲苯的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(C_7H_9N_2)=122.17]$;

m ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.3.6 允许差

2,4-二氨基甲苯含量两次平行测定结果之差不大于0.50%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

6.4 2,4-二氨基甲苯纯度的测定

6.4.1 测定原理

采用毛细管柱气相色谱法,分离2,4-二氨基甲苯及其有机杂质,采用峰面积归一化法定量。

6.4.2 仪器设备

a) 气相色谱仪:仪器灵敏度应符合GB/T 9722—2006中6.3的规定,稳定性应符合GB/T 9722—2006中6.4.2的规定;

b) 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);

c) 色谱柱:内径0.32 mm,长30 m,膜厚0.25 μ m;

d) 固定相:(14%氰丙基苯基)-甲基聚硅氧烷,如DB-1701或能达到同等分离效果的其他毛细管柱;

e) 微量注射器:10 μ L;

f) 色谱工作站或积分仪。

6.4.3 试剂

甲醇。

6.4.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表2所示。

表2 色谱操作条件

控制参数		操作条件
检测器温度/℃		300
汽化室温度/℃		300
载气(氮气)压力/kPa		70
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		10:1
进样量/ μ L		1.0
程序升温	初始柱温/℃	110
	保持时间/min	2
	升温速度/(℃/min)	10
	终止温度/℃	260
	保持时间/min	7

可根据不同仪器设备,选择最佳分析条件。

6.4.5 测定步骤

称取 0.3 g(精确至 0.01 g)试样于 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,在超声波发生器中振荡。

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取上述样品溶液 1.0 μL 进样,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

在保证分离度、灵敏度和线性响应的前提下,进样量可以作适当调整。

6.4.6 结果计算

2,4-二氨基甲苯纯度及有机杂质含量以 w_i 计,数值用 % 表示,按式(4)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A_i ——2,4-二氨基甲苯及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——2,4-二氨基甲苯及各有机杂质的峰面积数值之和。

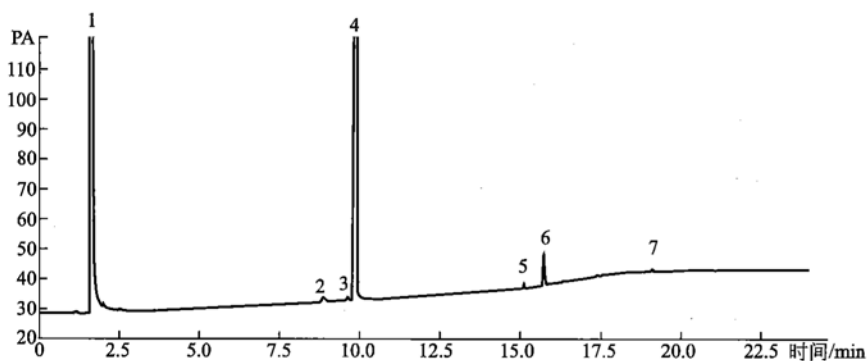
计算结果表示到小数点后两位。

6.4.7 允许差

2,4-二氨基甲苯纯度两次平行测定结果之差应不大于 0.20 %,取其算术平均值作为测定结果。

6.4.8 色谱图

色谱图见图 1。



1——溶剂;

2,3,5~7——未知物;

4——2,4-二氨基甲苯。

图 1 2,4-二氨基甲苯色谱示意图

6.5 干品结晶点的测定

按 GB/T 2385—2007 的规定进行测定,干燥剂使用 5 Å 分子筛。

7 检验规则

7.1 检验分类

本标准 3 的表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

2,4-二氨基甲苯应由生产厂的质量检验部门检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 2,4-二氨基甲苯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,则整批产品不能验收。

8 标志、标签、包装、运输、贮存

8.1 标志、标签

8.1.1 标志

2,4-二氨基甲苯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;
- e) 净含量;
- f) 产品质量检验合格证明;
- g) 警示标志(有毒品)。

8.1.2 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。

8.2 包装

2,4-二氨基甲苯以铁桶包装,每桶净含量 $100\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。产品包装应符合 GB 12463 及危险化学品包装的相关规定。

8.3 运输

2,4-二氨基甲苯产品应严格按照国家关于有毒货物的要求来运输,搬运时须戴劳动保护用具,应轻取轻放,不可撞击,避免发生泄漏和中毒等事故。

8.4 贮存

2,4-二氨基甲苯是毒害品,可燃烧,应按 GB 15603 及相关规定密闭贮存于阴凉干燥并具有良好通风的库房内,切勿日晒和雨淋,不可与易燃物放在一起,并远离火源和热源。

中华人民共和国

化工行业标准

2,4-二氨基甲苯

HG/T 3395—2010

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数13千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0933

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:10.00元

版权所有 违者必究