

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

G 56

备案号:30206—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3409—2010

代替 HG/T 3409—2001

N-甲基苯胺

N-Methylaniline

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

本标准按 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 3409—2001《N-甲基苯胺》。

本标准与 HG/T 3409—2001《N-甲基苯胺》相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 将外观修改为无色至浅黄色液体(贮存时允许颜色变深)(见 3, 2001 年版的 3)；
- 取消了相对密度指标(2001 年版的 3)；
- 增加了低沸物含量、高沸物含量指标(见 3)；
- 将 N-甲基苯胺含量优等品指标提高到 $\geq 99.5\%$ (见 3, 2001 年版的 3)；
- 增加了“安全信息”的规定(见 4)；
- 将色谱柱的固定液由 81# 石蜡修改为(5% 苯基)甲基聚硅氧烷(见 6.3.2, 2001 年版的 5.3.3.1)；
- 将 N-甲基苯胺纯度测定方法中填充柱修改为毛细管色谱柱(见 6.3.2, 2001 年版的 5.3.2)；
- 将 N-甲基苯胺纯度及有机杂质含量的定量方法由校正峰面积归一法修改为峰面积归一法(见 6.3.1, 2001 年版的 5.3.1)。

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：蒲爱军。

本标准所代替的标准历次版本发布情况为：

- ZB/TG 56004—1988；
- HG/T 3409—1988；
- HG/T 3409—2001。

N-甲基苯胺

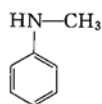
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 N-甲基苯胺产品的要求、安全信息、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于 N-甲基苯胺产品的质量控制。

结构式:



分子式: C_7H_9N

相对分子质量: 107.15 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 100-61-8

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 2386—2006 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 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 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

N-甲基苯胺的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 N-甲基苯胺的质量要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
(1)外观	无色至浅黄色液体(贮存时允许颜色变深)		
(2)N-甲基苯胺纯度/%	≥ 99.50	99.00	98.50
(3)N,N-二甲基苯胺含量/%	≤ 0.50	0.70	0.90
(4)苯胺含量/%	≤ 0.10	0.20	0.30
(5)低沸物含量/%	≤ 0.03	0.06	0.10
(6)高沸物含量/%	≤ 0.10	0.20	0.30
(7)水分的质量分数/%	≤ 0.10	0.20	0.30

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268《危险货物名称表》，N-甲基苯胺危险品编号(UN:2294,CN:61756)，受高热散发出有毒气体，吸入高浓度蒸气或经皮肤吸收以及经口摄入，均能引起中毒。使用及搬运时，应严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

按 GB 16483《化学品安全技术说明书 内容和项目顺序》，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：

- 提供该产品的危险性信息；
- 安全使用方法；
- 运输、贮存要求；
- 防护措施；
- 应急处理措施等。

5 采样

以批为单位采样，生产厂以均匀的产品为一批。每批采样数量应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。采样管应符合 GB/T 6680—2003 中 6.2 的规定。所采样产品的包装必须完好，采样时勿使外界杂质落入产品中。所采样品总量不得少于 500 mL。将采取的样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、避光及密封良好的容器中，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，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 N-甲基苯胺纯度及有机杂质含量的测定

6.3.1 测定原理

采用毛细管柱气相色谱法，分离 N-甲基苯胺及有机杂质，经氢火焰离子化检测器检测，采用峰面积归一化法定量。

6.3.2 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) 毛细管色谱柱:内径 0.32 mm,长 30 m,膜厚 0.25 μm ;

d) 固定相:(5 %苯基)甲基聚硅氧烷,如 HP-5 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱;

e) 进样器:微量注射器或自动进样器;

f) 色谱工作站或积分仪。

6.3.3 色谱分析条件

色谱操作条件如表 2 所示。

可根据仪器不同,选择最佳分析条件。

表 2 色谱操作条件

控制参数		操作条件
载气		氮气
载气压力/kPa		60
检测器温度/℃		300
汽化室温度/℃		260
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		100 : 1
程序升温	初始柱温/℃	80
	保持时间/min	10
	升温速度/(℃/min)	30
	终止温度/℃	260
	终温保持/min	5

6.3.4 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,进试样 0.2 μL ,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.3.5 结果计算

N-甲基苯胺纯度及有机杂质的含量以 w_i 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_i ——N-甲基苯胺及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——N-甲基苯胺及各有机杂质的峰面积数值的总和。

计算结果表示到小数点后两位。

注:低沸物为 N-甲基苯胺峰前除苯胺以外所有流出组分,高沸物为 N-甲基苯胺峰之后除 N,N-二甲基苯胺之外所有流出组分。

6.3.6 允许差

N-甲基苯胺纯度两次平行测定结果之差应不大于 0.10 %,各有机杂质含量两次平行测定结果之差应不大于 0.02 %,取其算术平均值作为测定结果。

6.3.7 色谱图

见图 1。

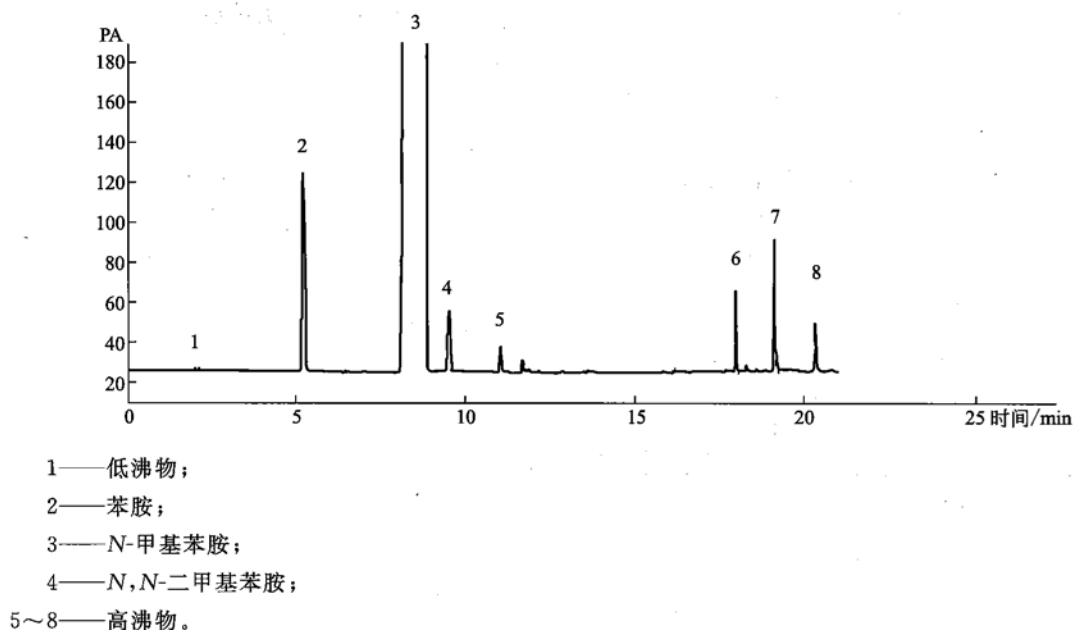


图1 N-甲基苯胺色谱示意图

6.4 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中的 3.4“卡尔·费休法及卡尔·费休改良法”的规定进行，N-甲基苯胺的进样量为 1 mL，密度按 0.989 1 g/mL 计算。

两次平行测定结果之差应不大于 0.02 % (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

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

N-甲基苯胺应经生产厂质检部门检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 N-甲基苯胺都符合本标准的要求。

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

N-甲基苯胺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：

- 产品名称；
- 生产厂名称、地址；
- 生产日期；
- 生产许可证编号；
- 净含量；
- 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

N-甲基苯胺用塑料桶或铁桶包装,每桶净含量 $180\text{ kg}\pm 1\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

N-甲基苯胺的包装应符合 GB 12463 的有关规定。

8.3 运输

运输时应符合 GB/T 191 的有关规定。运输中应防止曝晒、碰撞和雨淋。

8.4 贮存

贮存时应符合 GB 15603 的有关规定。应贮存在阴凉、干燥、通风处,防止受热、受潮,远离火源。

中华人民共和国

化工行业标准

N-甲基苯胺

HG/T 3409—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11千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0935

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