

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:34662—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3772—2011

代替 HG/T 3772—2005

间羟基-*N,N*-二乙基苯胺

m-Hydroxy-*N,N*-diethylaniline

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准的编写按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的要求进行。

本标准代替 HG/T 3772—2005《间羟基-*N,N*-二乙基苯胺》。

本标准与 HG/T 3772—2005 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 删除了邻乙氧基-*N,N*-二乙基苯胺质量分数和 3,3'-(*N,N*-二乙基)氨基苯醚质量分数两项指标(见 3,2005 年版的 3)；
- 删除了干品结晶点指标(见 3,2005 年版的 3)；
- 增加了间羟基-*N*-乙基苯胺含量指标(见 3,2005 年版的 3)；
- 修改了间羟基-*N,N*-二乙基苯胺指标(见 3,2005 年版的 3)；
- 提高了水分指标(见 3,2005 年版的 3)；
- 修改了纯度及有机杂质含量的计算公式(见 5.3.6,2005 年版的 5.3.5.3)；
- 规范了标志、标签、包装、运输和贮存(见 7,2005 年版的 7)。

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联合会提出。

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：天津振兴伟业化工染料有限公司、河北建新化工股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：崔顺利、季浩、于建才、张建伟、刘凤旭。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 3772—2005。

间羟基-*N,N*-二乙基苯胺

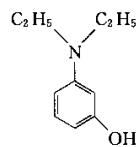
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了间羟基-*N,N*-二乙基苯胺的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于间羟基-*N,N*-二乙基苯胺的产品质量检验。

结构式:



分子式: $C_{10}H_{15}NO$

相对分子质量:165.23(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN:91-68-9

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,仅所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/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 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

3 要求

间羟基-*N,N*-二乙基苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 间羟基-*N,N*-二乙基苯胺的质量要求

项 目	指 标	试验方法
(1)外观	白色至玫瑰红色固体	5.2
(2)间羟基- <i>N,N</i> -二乙基苯胺的纯度/%	≥ 98.50	5.3
(3)间羟基- <i>N</i> -乙基苯胺的含量/%	≤ 0.80	5.3
(4)间乙氧基- <i>N,N</i> -二乙基苯胺的含量/%	≤ 0.80	5.3
(5)水分的质量分数/%	≤ 0.20	5.4

4 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。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品,所采样品总量不少于 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,一个保存备查。

5 实验方法

5.1 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。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。

5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

5.3 间羟基-*N,N*-二乙基苯胺纯度及其有机杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法,用峰面积归一化法求得间羟基-*N,N*-二乙基苯胺及其有机杂质的含量。

5.3.2 试剂

无水乙醇。

5.3.3 仪器设备

- a) 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 和 6.4 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 μm 毛细管柱;
- 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) 微量注射器;
- f) 色谱工作站或积分仪。

5.3.4 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
载气	氮气
载气压力/kPa	70
检测器温度/℃	320
汽化室温度/℃	320
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	500
补偿气(氮气)流量/(mL/min)	20
分流比	30 : 1
柱温/℃	240

可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。

5.3.5 测定步骤

5.3.5.1 试样溶液的制备

称取间羟基-*N,N*-二乙基苯胺试样约 0.5 g(精确至 0.1 g),于 10 mL 容量瓶中,加无水乙醇溶解,并稀释至刻度,混合均匀。此溶液为试样溶液。

5.3.5.2 测定

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,进试样溶液 0.6 μ L,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.3.6 结果计算

间羟基-*N,N*-二乙基苯胺的纯度及有机杂质的含量以 w_i 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

A_i ——间羟基-*N,N*-二乙基苯胺及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——间羟基-*N,N*-二乙基苯胺及各有机杂质的峰面积数值的总和。

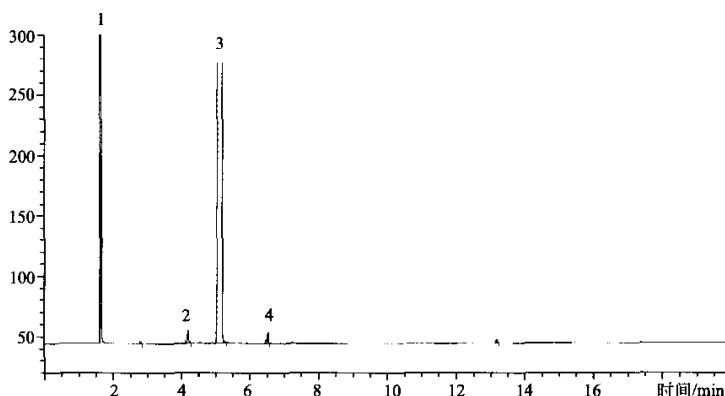
计算结果表示到小数点后两位。

5.3.7 允许差

间羟基-*N,N*-二乙基苯胺纯度平行测定结果之差应不大于 0.5 %,其他有机杂质的含量平行测定结果之差应不大于 0.1 %,取其算术平均值作为测定结果。

5.3.8 色谱图

色谱图见图 1。



1——溶剂;

2——间羟基-*N*-乙基苯胺;

3——间羟基-*N,N*-二乙基苯胺;

4——间乙氧基-*N,N*-二乙基苯胺。

图 1 间羟基-*N,N*-二乙基苯胺气相色谱示意图

5.4 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.4 的规定进行。

称样量 1 g~2 g(精确至 0.1 g),溶剂为甲醇。

平行测定结果之差应不大于 0.03 %(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

间羟基-*N,N*-二乙基苯胺应由生产厂的质量检验部门进行检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的间羟基-*N,N*-二乙基苯胺均符合本标准的要求。

6.3 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,则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

间羟基-*N,N*-二乙基苯胺的每个包装容器上都应涂印耐久、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。

7.2 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。

7.3 包装

间羟基-*N,N*-二乙基苯胺用铁桶包装,每桶净含量 $70\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋。

7.5 贮存

贮存时应远离火源,放置阴凉干燥处。

中华人民共和国
化工行业标准
间羟基-*N,N*-二乙基苯胺

HG/T 3772—2011

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数9千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1138

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