

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

G 56

备案号: 18225—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3401—2006

代替 HG/T 3401—1999

间苯二胺

m-Phenylene diamine

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3401—1999《间苯二胺》。

本标准与 HG/T 3401—1999 相比主要变化如下：

——气相色谱柱由填充柱修改为毛细管柱、固定相由硅酮 OV-225 修改为(5 % 苯基)甲基聚硅氧烷(本标准的 5.3.2;HG/T 3401—1999 的 5.2.2)；

——增加“安全”规定(本标准的 7.5)。

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：天津华士化工有限公司、浙江安诺芳胺化学品有限公司、沈阳化工研究院、青岛恒源化工有限公司。

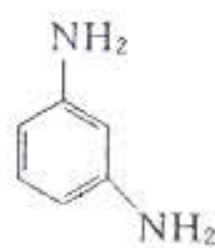
本标准主要起草人：徐维凤、顾奇龙、季浩、陈斌、樊文秀。

本标准于 1978 年首次发布为化工部颁标准 HG 2-1180—1978;1999 年调整为推荐性化工行业标准 HG/T 3401—1978;1999 年修订为 HG/T 3401—1999。

间苯二胺

1 范围

本标准规定了间苯二胺的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存和安全。本标准适用于间苯二胺的产品质量检验,该产品主要用于染料及其他有机化工产品的生产。
结构式:



分子式: $C_6H_8N_2$
相对分子质量:108.14(按 2001 年国际相对原子质量)

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—1990 危险货物包装标志
- GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 2385—1992 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 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

间苯二胺质量应符合表 1 的规定。

表 1 间苯二胺的要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
1. 外观	灰色或棕褐色结晶,贮存时允许颜色变深	
2. 干品结晶点/℃	≥ 62.5	61.5
3. 间苯二胺(质量分数)/%	≥ 99.80	99.50
4. 邻苯二胺(质量分数)/%	≤ 0.05	0.20
5. 对苯二胺(质量分数)/%	≤ 0.05	0.20
6. 低沸物(质量分数)/%	≤ 0.05	0.10
7. 高沸物(质量分数)/%	≤ 0.05	0.10

4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次真空蒸馏的均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—

2003 中 7.6 的规定。所采样产品的包装必须完好,采样时勿使外界杂质落入产品中。采样时样品应为熔融状态,用探管采取包括上、中、下三部分的样品,所采样品总量不得少于 200 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、避光的容器中,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 试验方法

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安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

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 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中的 5.2 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 间苯二胺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,用校正面积归一化法求得间苯二胺及其有机杂质的含量。

5.3.2 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 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。
- e) 微量注射器,10 μL 。
- f) 数据处理机:满量程 1 mV~5 mV 记录器或通用色谱数据处理机。

5.3.3 试剂和溶液

- a) 无水乙醇。
- b) 间硝基苯胺,纯度 $\geq 99.5\%$ 。
- c) 间苯二胺:精制品(乙醇重结晶三次,至本实验条件下无杂质检出)。
- d) 对苯二胺:精制品(乙醇重结晶三次,至本实验条件下无杂质检出)。
- e) 邻苯二胺:精制品(乙醇重结晶三次,至本实验条件下无杂质检出)。

5.3.4 色谱分析条件

- a) 柱温:150 $^{\circ}\text{C}$ 。
- b) 汽化室温度:300 $^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$ 。
- d) 载气(氮气)压力:0.07 MPa。
- e) 氢气流量:50 mL/min。
- f) 空气流量:500 mL/min。
- g) 进样量:0.6 μL 。
- h) 分流比:20:1。

可根据装置不同,气候条件不同,选择最佳分析条件。

5.3.5 校准混合溶液的配制及相对校正因子的测定

5.3.5.1 单一校准溶液的配制

按表 2 要求准确称取各种试剂(精确至 0.000 2 g)于清洁干燥的棕色容量瓶中,用无水乙醇溶解,并稀释至刻度。

表 2 单一校准溶液的配制

编号	A	B	C	D
试剂名称	邻苯二胺	对苯二胺	间硝基苯胺	间苯二胺
称样量/g	0.06	0.05	0.05	1.0
稀释体积/mL	50	50	50	50

5.3.5.2 混合校准溶液的配制

在 5 个已编号的 10 mL 棕色容量瓶中,分别按表 3 中的体积要求吸取上述单一校准溶液,摇匀,配制得混合校准溶液。混合校准溶液的使用期为 15 天。

表 3 混合校准溶液的配制

序 号	1	2	3	4	5
A(邻苯二胺)	0.1	0.3	0.5	0.7	0.9
B(对苯二胺)	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6
C(间硝基苯胺)	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6
D(间苯二胺)	9.0	8.5	8.0	7.0	6.0
加无水乙醇稀释总体积	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

5.3.5.3 相对校正因子的测定

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器分别吸取 0.6 μL 1~5 号混合标准溶液进样,待出峰完毕后,用数据处理机进行结果处理。

组分 i 的相对校正因子 f_i 按式(1)计算:

$$f_i = \frac{m_i A_0}{m_0 A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_i ——组分 i 的质量的数值,单位为克(g);
- A_0 ——间苯二胺的峰面积的数值,单位为毫伏·秒(mV·s);
- m_0 ——间苯二胺的质量的数值,单位为克(g);
- A_i ——组分 i 的峰面积的数值,单位为毫伏·秒(mV·s)。

5.3.5.4 测定

称取间苯二胺试样约 0.5 g(精确至 0.1 g),于 10 mL 棕色容量瓶中,加乙醇溶解,并稀释至刻度,混合均匀。此溶液为试样溶液。

开机预热,待仪器运行稳定后,进试样溶液 0.6 μL,待出峰完毕后,并用数据处理机进行结果处理。

5.3.5.5 结果计算

各组分含量以质量分数 W_i 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$W_i = \frac{f_i A_i}{\sum (f_i A_i)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- f_i ——组分 i 的相对校正因子的数值;
- A_i ——组分 i 的峰面积的数值,单位为毫伏·秒(mV·s)。

计算结果表示到小数点后两位。

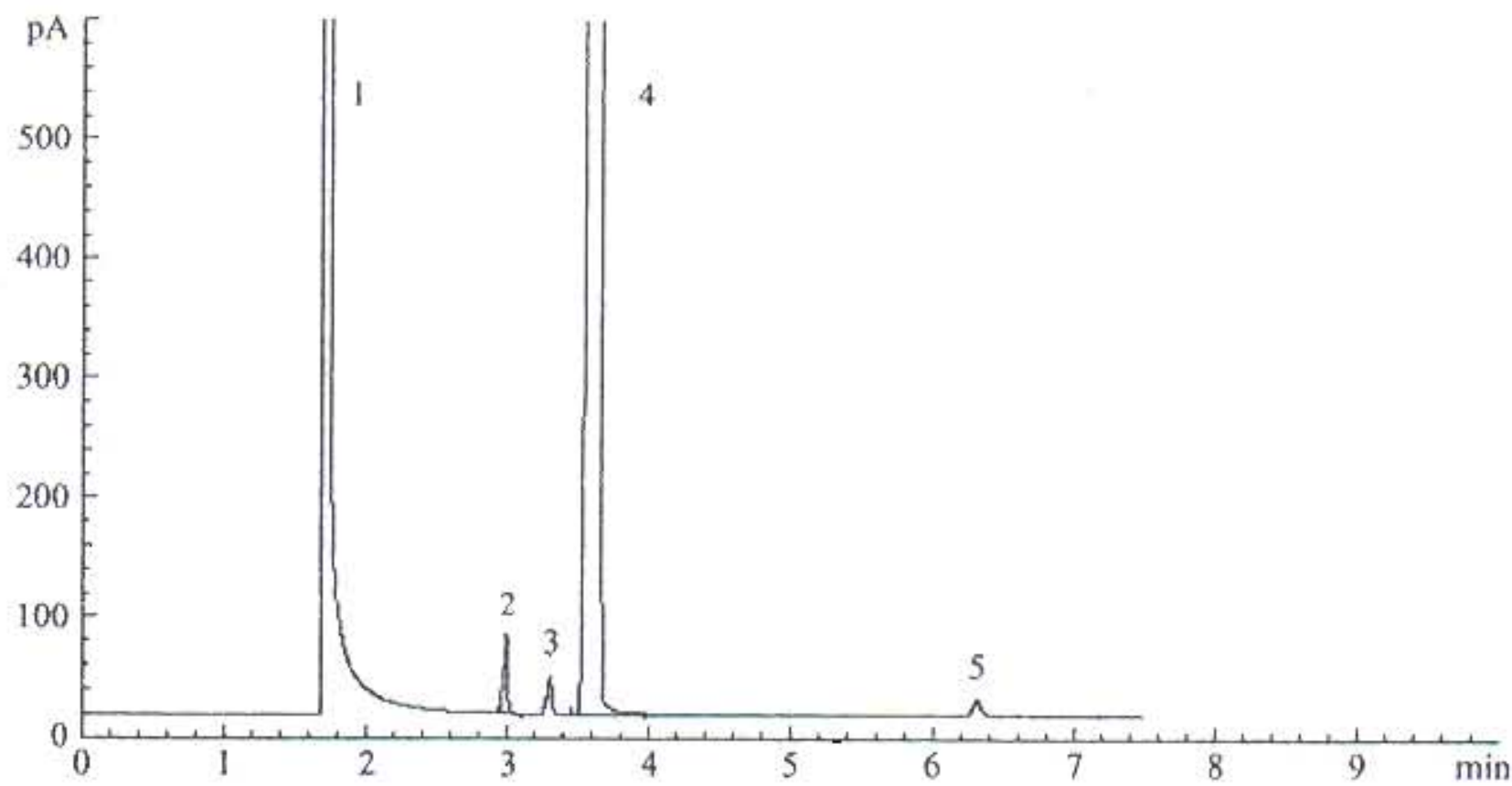
注 1 低沸物为溶剂峰后主峰前除邻、对苯二胺以外所有流出组分,校正因子按邻苯二胺计算。
注 2 间苯二胺以后出的峰为高沸物,校正因子按间硝基苯胺计算。

5.3.5.6 允许差

间苯二胺质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.2 %，其他有机杂质的质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.03 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.3.5.7 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——溶剂；
- 2——邻苯二胺；
- 3——对苯二胺；
- 4——间苯二胺；
- 5——高沸物。

图 1 间苯二胺色谱图

5.4 干品结晶点的测定

按 GB/T 2385—1992 中的规定进行。干燥剂用 5A 分子筛。

6 检验规则

6.1 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。

6.2 出厂检验

间苯二胺应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的间苯二胺符合本标准的要求。

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，则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

间苯二胺的每个包装上都应涂上牢固、清晰的标志，注明：产品名称、注册商标、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期，同时应附有产品质量检验合格的证明，并按 GB 190 的要求，注明“有毒”字样。

7.2 包装

间苯二胺用铁桶包装，每桶净含量 200 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时应轻取轻放，防止日晒、碰撞和雨淋。

7.4 贮存

贮存时应远离火源,放置阴凉干燥处。

7.5 安全

间苯二胺有毒,使用及搬运时,应穿戴劳动保护用品,严格注意安全。
