

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2669—95

邻 氨 基 苯 甲 醚

1995-04-05 发布

1996-01-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发 布

邻 氨 基 苯 甲 醚

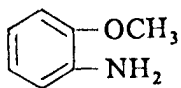
1 主题内容与适用范围

本标准规定了邻氨基苯甲醚的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等要求。

本标准适用于邻硝基苯甲醚经还原所制得的邻氨基苯甲醚。该产品主要用于染料、香料及医药中间体。

分子式： C_7H_9NO

结构式：



相对分子质量：123.15（按 1991 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB/T 2385 染料中间体结晶点测定通用方法

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 13753 染料中间体水分测定通用方法 卡尔·费休法和卡尔·费休改良法。

3 技术要求

邻氨基苯甲醚应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	黄棕色至暗棕色透明液体	
结晶点,℃	≥ 6.6	≥ 6.3
邻氨基苯甲醚,%	≥ 99.0	≥ 98.5
低沸物,%	≤ 0.20	≤ 0.30
邻氯苯胺,%	≤ 0.40	≤ 0.60
对氨基苯甲醚,%	≤ 0.50	≤ 0.50
高沸物,%	≤ 0.10	≤ 0.30
水分,%	≤ 0.30	≤ 0.50

中华人民共和国化学工业部 1995-04-05 批准

1996-01-01 实施

4 试验方法

4.1 外观的测定

用目视法测定。

4.2 结晶点的测定

取 50 mL 邻氨基苯甲醚试样于 125 mL 广口瓶中，加 4 A 分子筛 25 g，盖上瓶盖脱水 30 min（其间摇动 3~4 次），然后按 GB/T 2385 的有关规定进行。在测试过程中，当试样冷却至 -2℃ 以下时用玻璃棒加入少量晶种（于一试管中加入少量干燥过的邻氨基苯甲醚试样，冷却至 -2℃，加入少许对氨基苯甲醚结晶，用玻璃棒搅拌至结晶全部析出，以此作为晶种）。

4.3 邻氨基苯甲醚、邻氯苯胺、对氨基苯甲醚、低沸物及高沸物含量的测定。

4.3.1 方法提要

采用气相色谱法测定，用面积归一化法定量。

4.3.2 仪器

4.3.2.1 气相色谱仪：应符合 GB/T 9722 第 5 章规定；

4.3.2.2 检测器：氢火焰离子化检测器；

4.3.2.3 色谱柱：内径 4 mm，长度 2 m 不锈钢柱或玻璃柱；

4.3.2.4 色谱数据处理机：岛津 C-R6A 或性能相同的数据处理机；

4.3.2.5 微量注射器：10 μL。

4.3.3 色谱柱的制备

4.3.3.1 填充物

载体：101 白色担体，粒度为 250~180 μm；

固定液：丁二酸乙二醇聚酯（PEGS）；

液相载荷量：3%。

4.3.3.2 固定液的涂渍

称取 0.42 g PEGS 于 250 mL 烧杯中，加入相当于 14 g 载体体积的三氯甲烷溶剂，在红外灯下使固定液溶解后，将 14 g 干燥好的担体徐徐倒入烧杯中，将烧杯置于真空干燥器内，在真空度约 80 kPa 下保持 5~10 min，取出置于通风橱内，在红外灯下使溶剂缓慢挥发至干（要经常拍打烧杯）使之涂渍均匀。

4.3.3.3 填充方法

将色谱柱接检测器一端塞上铜网，接真空泵，另一端接一漏斗，在真空度约 80 kPa 下徐徐倾入固定相，并轻轻拍打色谱柱至固定相不再被抽入柱内为止（装柱量约 12 g），取下色谱柱，拿出铜网，补充一些固定相，将色谱柱两端塞好玻璃棉，备老化。

4.3.3.4 色谱柱老化

将填充好的色谱柱置于色谱仪柱箱中，通氮气（流量 5~20 mL/min）于 160℃ 下老化 8 h。

4.3.4 色谱仪操作条件

根据不同仪器及本试验要求选择最佳操作条件，以岛津 GC-14A 型气相色谱仪，C-R6A 数据处理机为例，操作条件如下：

柱箱温度：140℃；

检测器温度：220℃；

汽化室温度：280℃；

载气（氮气）流量：50 mL/min；

燃烧气（氢气）流量：45 mL/min；

助燃气（空气）流量：480 mL/min；

纸速：2 mm/min；

进样量：0.6 μ L；

分离度： $R \geq 1.2$ （间氨基苯甲醚与邻硝基苯甲醚）。

4.3.5 校准溶液的配制及相对校正因子的测定

4.3.5.1 试剂

邻氨基苯甲醚：在本试验条件下应无杂质检出；

对氨基苯甲醚：含量大于 99%；

间氨基苯甲醚：含量大于 99%；

邻硝基苯甲醚：含量大于 99%；

邻氯苯胺：含量大于 99%；

三氯甲烷（GB/T 682）。

4.3.5.2 校准溶液的配制

A 液：称取邻氯苯胺约 0.1 g（精确至 0.000 2 g）于 25 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，混匀，备用。

B 液：称取对氨基苯甲醚约 0.1 g（精确至 0.000 2 g）于 25 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，混匀，备用。

C 液：称取间氨基苯甲醚约 0.15 g（精确至 0.000 2 g），于 25 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，混匀，备用。

D 液：称取邻硝基苯甲醚约 0.15 g（精确至 0.000 2 g），于 25 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，混匀，备用。

E 液：称取邻氨基苯甲醚约 6 g（精确至 0.000 2 g），于 25 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，混匀，备用。

于 4 只已编号 10 mL 容量瓶中，分别按表 2 规定吸取上述溶液，混匀后即得 1、2、3、4 号标准溶液。

表 2

溶液加入量 mL 溶液名称	容量瓶号	1	2	3	4
A 液		0.20	0.30	0.40	0.50
B 液		0.20	0.30	0.40	0.50
C 液		0.10	0.20	0.30	0.40
D 液		0.10	0.20	0.30	0.40
E 液		5.0	5.0	5.0	5.0
加三氯甲烷稀释后体积 (mL)		10.0	10.0	10.0	10.0

4.3.5.3 相对校正因子的测定

待仪器各项操作条件稳定后，用微量注射器吸取 0.6 μ L 校准溶液注入色谱仪汽化室内，待出峰完毕后，用色谱数据处理机自动处理，列出校正因子或准确量取各组分峰面积（见色谱图）。

各组分相对校正因子 f_i 按式（1）计算：

$$f_i = \frac{m_i \cdot A_o}{m_o \cdot A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_i ——组分*i*的质量，mg；

A_o ——邻氨基苯甲醚的峰面积，mm²；

m_o ——邻氨基苯甲醚的质量，mg；

A_i ——组分*i*的峰面积，mm²。

注：相对校正因子每周进行复校。

4.3.6 测定步骤

吸取 0.55 mL 试样于 10 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，混匀。用微量注射器吸取 0.6 μL 试样溶液，注入色谱仪汽化室内，待出峰完毕，用色谱数据处理机自动处理，打印出分析报告或准确量取各组份峰面积。

4.3.7 分析结果的计算

各组分的质量百分数 X_i 按式 (2) 计算：

$$X_i = \frac{f_i \cdot A_i}{\sum (f_i \cdot A_i)} \times (100 - w) \dots\dots\dots (2)$$

式中： f_i ——组分*i*的相对校正因子；

A_i ——组分*i*的峰面积，mm²；

w ——水分质量百分数。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果之差，邻氨基苯甲醚不大于 0.2%，邻氯苯胺、对氨基苯甲醚不大于 0.07%。取其算术平均值作为分析结果。

注：①低沸物为自溶剂峰之后至主峰前，除邻氯苯胺以外所有流出的组分，其校正因子按邻氯苯胺计；

②高沸物为主峰之后，除对氨基苯甲醚以外所有流出的组分，未知组分校正因子按对氨基苯甲醚计。

4.3.9 色谱图

色谱图见图 1。

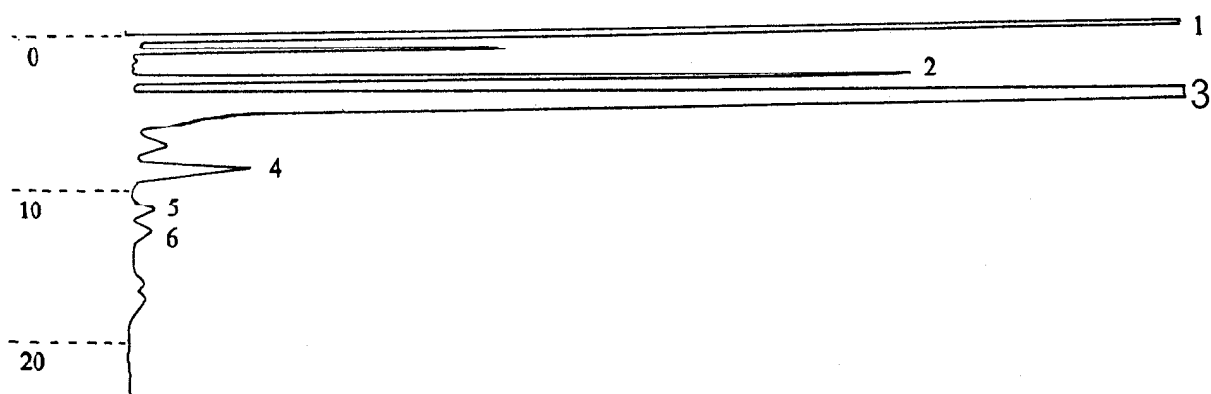


图 1 邻氨基苯甲醚色谱图

1—溶剂；2—邻氯苯胺；3—邻氨基苯甲醚；4—对氨基苯甲醚；5—间氨基苯甲醚；6—邻硝基苯甲醚

4.4 水分的测定

称取试样 2~5 g (精确至 0.1 g)，溶剂为三氯甲烷-甲醇 (3+1) 混合液，按 GB/T 13753 有关规定进行。

5 检验规则

表1中规定的全部项目均为出厂检验项目。

5.1 生产厂检验

邻氨基苯甲醚应由生产厂的检验部门根据本标准的要求进行检验。生产厂应保证所有出厂的邻氨基苯甲醚都符合本标准的要求。每批出厂的邻氨基苯甲醚都应附有一定格式的质量证明书。

5.2 用户验收

使用单位有权按照本标准的各项规定对所收到的邻氨基苯甲醚进行检验，检验其是否符合本标准的要求。

5.3 取样方法

从每批（以均匀产品为一批）产品中10%的桶数中随机取样。小批产品不得少于3桶。取样时用直径13 mm、长1 m的一端较细的玻璃管，从桶中探取，包括上、中、下三部分样品，取样量不得少于500 mL。将所取样品仔细混匀，分装于两个清洁、干燥、磨口棕色细口瓶中，并用石蜡密封，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、批号和取样日期，一瓶用于检验，一瓶保存备查。

5.4 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时，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时，则整批邻氨基苯甲醚为不合格。

5.5 仲裁

当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，仲裁机构可由双方协商确定。仲裁时应按照本标准规定的试验方法进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

邻氨基苯甲醚包装容器上应涂刷牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名称、产品名称、注册商标、规格、标准编号、生产日期、批号、皮重、净重和有毒品标志。

6.2 包装

邻氨基苯甲醚用200 L铁桶包装，每桶净重200 kg。

6.3 运输

运输时不得接近火源，搬运时小心轻放，邻氨基苯甲醚有毒性，切勿与皮肤接触或吸入体内。搬运时必须穿戴好劳动保护用品，并严格注意安全。

6.4 贮存

邻氨基苯甲醚应贮存在阴凉、干燥的库房，防火、防晒。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由吉林化学工业公司染料厂负责起草。

本标准主要起草人徐祥云、范放。

本标准自实施之日起，原国家标准GB 10659—89《邻氨基苯甲醚》作废。