

中华人民共和国国家标准

GB/T 25786—2016
代替 GB/T 25786—2010

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚

2-Amino-4-acetamino anisole

2016-12-30 发布

2017-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 25786—2010《2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚》，与 GB/T 25786—2010 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的质量分数(氨基值,以干品计)为 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的质量分数控制项目(见第 3 章,2010 年版的第 3 章)；
- 取消水分的质量分数的控制项目和测定方法(见 2010 年版的第 3 章、5.5)；
- 重新设置了产品的规格和等级,增加了液状产品规格指标(见第 3 章)；
- 增加了采样器要求和液体产品采样规定(见第 4 章)；
- 修改了外观的评定方法(见 5.2,2010 年版的 5.2)；
- 修改 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的质量分数的结果计算方法(见 5.3.4,2010 年版的 5.3.3)；
- 增加色谱操作条件的柱温为 40℃(见 5.4.4.4)；
- 删除标志中的“产品生产许可证编号及标志(如适用)”的表述(2010 年版的 7.1)；
- 增加了净含量的范围(见 7.3)。

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/TC 134)归口。

本标准起草单位：浙江吉华集团股份有限公司、浙江鸿盛化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：胡惠素、蒲爱军、顾奇龙、陈美芬、陶建国、吕双、胡志文。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 25786—2010。

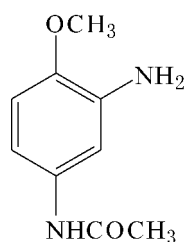
2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚

1 范围

本标准规定了 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚产品的要求、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 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_9H_{12}N_2O_2$

相对分子质量：180.20(按 2013 年国际相对原子质量)

CAS RN: 6375-47-9

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 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 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的质量要求

序号	项 目	指 标			试验方法
		粉 状		液 状	
		优等品	合格品		
1	外观	灰色至棕褐色结晶	灰色至棕褐色结晶	褐色液体	5.2

表 1 (续)

序号	项 目	指 标			试验方法
		粉 状		液 状	
		优等品	合格品		
2	2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的质量分数/%	≥75.00	≥70.00	≥40.00	5.3
3	2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的纯度/%	≥99.00	≥98.00	≥98.00	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,固体产品采样管应符合 GB/T 6679—2003 中 4.2 的规定,液体产品采样管应符合 GB/T 6680—2003 中 6.2 的规定。所采样品的包装应好,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,粉状产品所采样品总量不得少于 500 g,液状产品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、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 试验方法

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。

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 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。

5.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.3 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚质量分数的测定

5.3.1 方法提要

利用芳香族伯胺在过量无机酸存在下与亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

5.3.2 试剂和溶液

- 5.3.2.1 盐酸溶液:盐酸与水的体积比为 1 : 1。
- 5.3.2.2 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{ mol/L}$,标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点。
- 5.3.2.3 溴化钾溶液:100 g/L。
- 5.3.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

称取粉状试样约 0.5 g(液状试样约 1.0 g)(精确至 0.000 2 g),置于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL

热水使其溶解,加入盐酸溶液 30 mL,溴化钾溶液 20 mL,冷却至 5℃~10℃,用亚硝酸钠标准溶液滴定至淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈,并保持 5 min 不消失即为终点。

在相同条件下做空白试验。

5.3.4 结果计算

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚(氨基值)以质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c [(V - V_0) / 1\,000] M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(C_9H_{12}N_2O_2) = 180.20$];

m ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

5.3.5 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.30%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚纯度的测定

5.4.1 方法原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇与乙酸铵水溶液为流动相,分离 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚及其有机杂质,经紫外检测器检测,用峰面积归一化法测定 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的纯度。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 液相色谱仪:输液泵-流量范围 0.1 mL/min~5.0 mL/min,在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$; 检测器-多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。

5.4.2.2 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} ,粒径 5 μm 。

5.4.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.4.2.4 微量注射器或自动进样器。

5.4.2.5 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

5.4.3.1 甲醇:色谱纯。

5.4.3.2 乙酸铵水溶液:1.0 g/L。

5.4.4 色谱操作条件

5.4.4.1 流动相:甲醇与乙酸铵水溶液体积比为 40:60。

5.4.4.2 波长:254 nm。

5.4.4.3 流量:0.8 mL/min。

5.4.4.4 柱温:40℃。

5.4.4.5 进样量:5 μL 。

5.4.4.6 最佳分析条件的选择:可根据装置不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

5.4.5 溶液配制

称取粉状试样约 25 mg(液状试样 50 mg)(精确至 0.000 2 g),于 25 mL 容量瓶中,加入甲醇溶解并定容,置于超声波发生器充分溶解,取出摇匀备用。

5.4.6 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,吸取试样溶液注入进样器,待最后一个组分流出完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.7 结果计算

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚纯度以 w_2 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和。

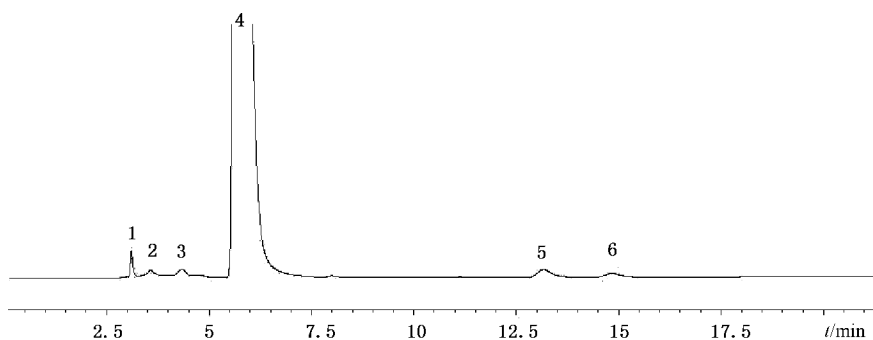
计算结果保留到小数点后两位。

5.4.8 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.20%,取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱图

色谱示意图见图 1。



说明:

1——未知物;

2——未知物;

3——未知物;

4——2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚;

5——未知物;

6——未知物。

图 1 2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚色谱示意图

6 检验规则

6.1 出厂检验

第3章表1中规定的全部项目均为出厂检验项目。

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚应由生产厂的质量检验部门根据本标准的要求检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚产品均符合本标准的要求。

6.2 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有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品判定为不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚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、规格;
- b) 生产厂名称、地址;
- c) 生产日期;
- d) 净含量。

7.2 标签

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚产品应有标签,标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号。

7.3 包装

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚用内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量 (50 ± 0.5) kg,其他包装可以与用户协商确定。

7.4 运输

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚运输中应防止曝晒、潮湿和雨淋,不得强力挤压和碰撞。

7.5 贮存

2-氨基-4-乙酰氨基苯甲醚应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内,防止受潮受热,远离火源,按化学品规定贮运。