

中华人民共和国国家标准

GB/T 33089—2016

化学试剂 *N,N*-二甲基对苯二胺盐酸盐

Chemical reagent—
N,N-dimethyl-*p*-phenylenediamine dihydrochloride

2016-10-13 发布

2017-05-01 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。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司、天津化学试剂研究所有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云、郑琦、李铜、刘冠军。

化学试剂

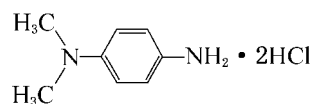
N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐

1 范围

本标准规定了化学试剂 *N,N*-二甲基对苯二胺盐酸盐的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。本标准适用于化学试剂 *N,N*-二甲基对苯二胺盐酸盐的检验。

分子式： $C_8H_{12}N_2 \cdot 2HCl$

结构式：



相对分子质量：209.10(根据 2011 年国际相对原子质量)

CAS 号：536-46-9

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721—2006 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

GB/T 9725—2007 化学试剂 电位滴定法通则

GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法

GB/T 9741—2008 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为白色至灰白色或白色至浅黄褐色结晶粉末，易吸潮，露置于空气中或见光颜色逐渐变深，溶于水及乙醇。

4 规格

N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐的规格见表 1。

表 1 N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐的规格

名称	分析纯	化学纯
含量(C ₈ H ₁₂ N ₂ ·2HCl),w/%	≥99,0	≥98,0
对硫化物灵敏度试验	合格	合格
水溶解试验	合格	合格
灼烧残渣(以硫酸盐计),w/%	≤0,05	≤0,1
铁(Fe),w/%	≤0,000 5	≤0,001

5 试验

警告:本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

按 GB/T 9725—2007 的规定测定。其中:称取 0.3 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 100 mL 丙酮溶液(3+2)中,以玻璃电极作指示电极,饱和甘汞电极作参比电极,用氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=0.1 mol/L]滴定,结果按 GB/T 9725—2007 中 6.2.2 的规定计算 V。

N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐的质量分数 w,按式(1)计算:

$$w = \frac{V \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V —— 氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- c —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M —— N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[M(1/2C₈H₁₂N₂·2HCl)=104.6];
- m —— 样品质量,单位为克(g)。

5.3 对硫化物灵敏度试验

5.3.1 试剂和仪器

按 GB/T 9721—2006 中第 5 章、第 6 章的规定。

5.3.2 标准溶液的制备

5.3.2.1 硫化物标准溶液(1 mg/mL)的制备

称取 0.749 g 硫化钠(Na₂S·9H₂O),溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度(使用前配制)。

硫化物溶液质量浓度的标定见附录 A。

5.3.2.2 硫化物标准溶液(0.01 mg/mL)的制备

取 1.00 mL 硫化物标准溶液(1 mg/mL),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度(使用前配制)。

5.3.3 试验溶液的制备

称取 0.20 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 容量瓶中,加硫酸溶液(1+1)溶解,稀释至刻度,摇匀。

5.3.4 测定条件

波长:665 nm。

吸收池厚度:1 cm。

参比溶液:见 5.3.5。

5.3.5 测定方法

取 2.00 mL 硫化物标准溶液(0.01 mg/mL),置于 50 mL 容量瓶中,加 40 mL 水,加 2.0 mL 试验溶液,混匀,加 1 mL 三氯化铁溶液(100 g/L),用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min 后测定。吸光度应不小于 0.37。

同时按上述步骤制备不加硫化物标准溶液(0.01 mg/mL)的参比溶液。

5.4 水溶解试验

称取 2 g 样品,溶于 20 mL 水中。溶液应清亮,无不溶物。

5.5 灼烧残渣

称取 2 g 样品,按 GB/T 9741—2008 中 4.2 的规定测定,结果按第 5 章的规定计算(保留残渣用于铁的测定)。

5.6 铁

将测定灼烧残渣(5.5)后的残渣中加 1 mL 盐酸溶液(20%),在水浴上蒸干,加 2 滴盐酸溶液(20%)及适量水溶解,稀释至 15 mL,用氨水溶液(10%)调节溶液 pH 值至 2 后,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁(Fe)标准溶液,稀释至 15 mL,用盐酸溶液(15%)调节溶液 pH 值至 2 后,与同体积试液同时同样处理。

分析纯:0.01 mg;化学纯:0.02 mg。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

——包装单位:第 2 类;

- 内包装形式: NBY-4、NBY-5、NBY-6, 包避光纸或避光袋;
- 中包装容器: ZB-1、ZB-2;
- 隔离材料: GC-2、GC-3;
- 外包装形式: WB-2、WB-3;
- 标签应注明“避光贮存”。

附 录 A

(规范性附录)

硫化物溶液质量浓度的标定

A.1 实验步骤

取 10.0 mL 待标定的硫化物溶液(1 mg/mL)及 20.0 mL 碘标准滴定溶液 $[c(1/2I_2)=0.1 \text{ mol/L}]$, 置于盛有 10 mL 乙酸锌溶液(220 g/L)的 250 mL 碘量瓶中,加 20 mL 水及 5 mL 硫酸溶液(1+5),密塞水封,摇匀。于暗处放置 5 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定呈淡黄色,加 1 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。同时以 10 mL 水代替硫化物溶液做空白试验。

A.2 计算

硫化物溶液的质量浓度,按式(A.1)计算:

$$\rho = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{10.0} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- ρ —— 硫化物溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_1 —— 空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_2 —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M —— 硫的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(1/2S)=16.03$];
- 10.0 —— 取样体积的数值,单位为毫升(mL)。