



中华人民共和国国家标准

GB/T 25781—2010

1-萘胺

1-Naphthylamine

2010-12-23 发布

2011-10-01 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/TC 134)归口。

本标准起草单位:江苏华达化工集团有限公司、常州市春港化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:徐光辉、李春梅、周浩江、胡亚东、马燕东。

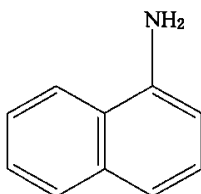
1-萘胺

1 范围

本标准规定了 1-萘胺的要求、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、安全技术说明书。

本标准适用于 1-萘胺的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_{10}H_9N$

相对分子质量：143.19(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN:134-32-7

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 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,ISO 780:1997,MOD)

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 603—2002,neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 2385—2007 染料中间体 结晶点的测定通用方法

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 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 12268—2005 危险货物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

GB 16483 化学品安全技术说明书编写规定(GB 16483—2000,eqv ISO 11014-1:1994)

3 要求

1-萘胺质量应符合表 1 的要求。

表 1 1-萘胺的质量要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
(1) 外观	浅黄色至深玫瑰色熔铸体	
(2) 干品结晶点/℃	≥ 48.0	45.4
(3) 1-萘胺的质量分数(总氨基值)/%	≥ 99.50	99.00
(4) 2-萘胺的质量分数(HPLC)/%	≤ 0.10	—
注：合格品不适用作为生产染料的原料。		

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀的产品为一批。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,所采样品总量不得少于 500 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中,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,本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、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

在自然光线下采用目视评定。

5.3 干品结晶点的测定

取约 50 g 试样及 10 g 0.5 nm(5Å)分子筛于 125 mL 的广口瓶中,盖紧瓶塞,加热使试样熔化,脱水 15 min(熔化过程中摇动试样瓶数次),其他按 GB/T 2385—2007 规定进行。

5.4 1-萘胺含量(总氨基值)的测定

5.4.1 试剂和溶液

- a) 盐酸溶液:盐酸与水的体积比为 1:1;
- b) 溴化钾溶液:100 g/L;
- c) 亚硝酸钠标准滴定溶液:[c(NaNO₂)=0.1 mol/L],终点判定用淀粉-碘化钾试纸;
- d) 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.2 测定步骤

称取 1-萘胺试样约 0.5 g(精确至 0.000 2 g)于 500 mL 烧杯中,加入 90 ℃热水 100 mL,在搅拌下慢慢加入盐酸溶液 10 mL,待样品完全溶解后,再加盐酸溶液 30 mL,加水至总体积为 300 mL,冷却至 0 ℃~5 ℃。加溴化钾溶液 10 mL,然后将滴定管尖端插入溶液中,在不断搅拌下,用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定,滴定过程中保持反应温度在 0 ℃~5 ℃,滴定近终点时把滴定管尖端提离液面,继续滴定直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈,并保持 5 min 不变即为终点。在同样条件下,做一空白试验。

5.4.3 结果计算

1-萘胺含量(总氨基值)以 w_1 计,数值用%表示,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:

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);

V ——试样耗用亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白耗用亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——1-萘胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(C_{10}H_9N) = 143.19$]。

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.4 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.3%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.5 2-萘胺含量的测定(HPLC)

5.5.1 方法提要

采用反相液相色谱法,用外标法进行定量,计算 2-萘胺的含量。

5.5.2 仪器设备

- a) 液相色谱仪:输液泵——流量范围(0.1~5.0)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紫外分光检测器;
- b) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 ODS C_{18} 、粒径 5 μm ;
- c) 数据处理机:色谱工作站或积分仪;
- d) 超声波发生器;
- e) 微量注射器:25 μL ;
- f) 微量天平:感量 0.01 mg。

5.5.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 磷酸二氢钠水溶液:0.6 g/L 磷酸二氢钠,用磷酸调 pH ≈ 4 ;
- c) 2-萘胺标准品质量分数 $\geq 98.0\%$;
- d) 水:经 0.45 μm 水膜过滤。

5.5.4 色谱分析条件

- a) 流动相:甲醇与磷酸二氢钠水溶液的体积比为 50 : 50;
- b) 波长:235 nm;
- c) 流量:1.0 mL/min;
- d) 进样量:5 μL 。

可根据仪器条件不同,选择最佳分离条件。

5.5.5 测定步骤

5.5.5.1 标样溶液的配制

称取 2-萘胺标准样品 30 mg(精确至 0.01 mg)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容,置于超声波发生器充分溶解,取出摇匀备用,为标准溶液 A。

吸取 2 mL 标准溶液 A 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容,置于超声波发生器充分溶解,取出摇匀备用,为标准溶液 B。

按表 2 分别吸取标准溶液 B,配成不同浓度的系列标准溶液。

表 2 不同浓度 2-萘胺标准溶液

系列标准溶液号	1	2	3	4	5
吸取标准溶液 B/mL	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
甲醇稀释至体积/mL	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0

5.5.5.2 试样溶液的配制

称取 1-萘胺试样 0.15 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,混合均匀。

5.5.5.3 测定

待仪器运行稳定后,用微量注射器分别吸取合适的标样溶液和试样溶液分别注入进样阀,待最后一个组分流出完毕(见色谱图 1),进行结果处理。

5.5.6 结果计算

2-萘胺含量以质量分数 w_2 计,数值用%表示,按式(2)计算。

$$w_2 = \frac{A_1 m_2 w}{A_2 m_1}$$

..... (2)

式中:

- A_1 ——试样溶液中 2-萘胺的峰面积数值;
- m_2 ——标样溶液中 2-萘胺质量的数值,单位为克(g);
- w ——标样溶液中 2-萘胺含量的数值,以质量分数(%)计;
- A_2 ——标样溶液中 2-萘胺的峰面积数值;
- m_1 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

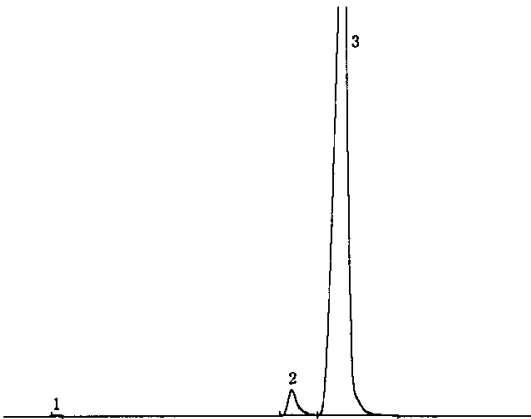
计算结果表示到小数点后两位。

5.5.7 允许差

两次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。

5.5.8 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——未知物;
- 2——2-萘胺;
- 3——1-萘胺。

图 1 1-萘胺色谱示意图

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

1-萘胺应由生产厂的质量检验部门检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的1-萘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,则整批产品为不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

1-萘胺的每个包装上都应按GB 190和GB/T 191中的有关规定涂上牢固、清晰的有毒物品标志和相关的危险标志,并注明:产品名称规格、注册商标、产品生产许可证编号及标志、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上,并和产品质量检验合格的证明一起放入包装桶内的塑料袋外面。并应符合GB 15258化学品安全标签编写规定。

7.2 包装

1-萘胺用内衬黑塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装,每袋净含量25 kg,其他包装可与用户协商确定。产品包装应符合GB 12463及危险化学品包装的相关规定。

7.3 运输

储运中应符合GB/T 191的有关规定,运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋。

7.4 贮存

1-萘胺有毒,遇明火能燃烧,贮存时应远离火源和火种,放置阴凉干燥处。产品贮存应符合GB 15603及危险化学品贮存的相关规定。

8 安全、安全技术说明书

8.1 安全

根据GB 12268—2005,1-萘胺属于6.1类有毒物质,危险品编号(UN:2077;CN:61830)。可燃,受热分解出有毒气体。主要由呼吸道、肠胃道和皮肤进入人体而引起中毒。长期接触的人群出现膀胱肿瘤。大鼠口服LD₅₀:779 mg/kg。如发生意外,应及时就医。使用及搬运时,应穿戴劳动保护用品,严格注意安全。

8.2 安全技术说明书

按GB 16483化学品安全技术说明书编写规定,1-萘胺出厂应提供详细的安全技术说明书。安全技术说明书应包括如下内容:

- a) 提供该产品的危险性信息;
- b) 安全使用方法;
- c) 运输、贮存要求;
- d) 防护措施;
- e) 应急处理措施等。