

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2278—92

乙 酰 乙 酰 苯 胺

1992-06-01 发布

1993-01-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发 布

乙 酰 乙 酰 苯 胺

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙酰乙酰苯胺产品的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存等要求。

本标准适用于由双乙烯酮与苯胺缩合而制得的乙酰乙酰苯胺。

分子式： $C_{10}H_{11}O_2N$

结构式：



相对分子质量：177.20(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2384 染料中间体熔点范围测定通用方法

3 技术要求

3.1 乙酰乙酰苯胺的质量应符合表 1 规定。

表 1

项 目	指 标	
	优 等 品	一 等 品
(1)外观	白色至浅黄色结晶粉末或片状结晶	白色至浅黄色或极浅粉红色结晶性粉末或片状结晶
(2)干品初熔点,℃ ≥	82.5	82.0
(3)含量(总亚硝化值),% ≥	99.0	98.0
(4)挥发分含量,% ≤	0.3	0.5
(5)碱溶浊度	澄清透明	基本澄清透明

4 试验方法

4.1 外观

采用目视法测定。

4.2 干品初熔点测定

按 GB 2384 规定进行。试样于 60~65℃干燥至恒重。

4.3 含量(总亚硝化值)测定

4.3.1 原理

芳香族胺类酰化物,在无机酸存在下与亚硝酸钠定量进行亚硝化反应,过量亚硝酸钠用碘离子检出,用以判定终点。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 冰乙酸(GB 676);

4.3.2.2 盐酸(GB 622);

4.3.2.3 氢氧化钠(GB 629):40g/L 溶液;

4.3.2.4 亚硝酸钠(GB 633): $c(\text{NaNO}_2)=0.5\text{mol/L}$ 标准滴定溶液,按 GB 601 中 4.22 条规定方法配制与标定,终点判断采用淀粉-碘化钾试纸。

4.3.2.5 淀粉-碘化钾试纸,按 GB 603 中 4.2.3 规定方法制备。

4.3.3 分析步骤

称取试样约 1.2g(精确至 0.000 2g)于 400mL 烧杯中,加 8mL 氢氧化钠溶液(4.3.2.3)和 150mL 水于 25~35℃溶解,在不断搅拌下加入 100mL 冰乙酸(4.3.2.1)和 25mL 盐酸(4.3.2.2),补加水至总量约 300mL,用亚硝酸钠标准滴定溶液(4.3.2.4)滴定,滴定时将滴定管尖端插入溶液下约 10mm 处,在 10℃与搅拌下慢慢滴加亚硝酸钠标准滴定溶液,保持 10~15℃,接近终点时,将滴定管的尖端提离液面逐滴加入,用玻璃棒蘸取 1 滴试液在淀粉-碘化钾试纸上呈微蓝色,5min 后试纸仍呈微蓝色为终点。在同样条件下,做一空白试验。

4.3.4 结果计算

总亚硝化值的质量百分数(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \times 0.1772}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.1772——与 1.00mL 亚硝酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaNO}_2)=1.000\text{mol/L}$] 相当的、以克表示的乙酰乙酰苯胺的质量;

m_1 ——试样的质量, g。

4.3.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.3%,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.4 挥发分含量测定

4.4.1 原理

试样于真空干燥器中,除去挥发物至恒重后,根据称取试样的质量及恒重后试样的质量计算出挥发分含量。

4.4.2 仪器

真空干燥器;

真空泵:30L 旋转滑片式。

4.4.3 分析步骤

称取试样约 2g(精确至 0.000 2g)于已恒重的称量瓶中,将称量瓶连同试样移入真空干燥器中,开启真空泵,在 4 000Pa 下真空干燥至恒重(约 3h)。

4.4.4 结果计算

挥发分质量百分含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中： m_2 ——试样的质量，g；

m_3 ——经真空干燥恒重后试样的质量，g。

4.4.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.03%，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.5 碱溶浊度

4.5.1 原理

试样在氢氧化钠溶液中溶解后与氯化银浊度标准液进行比较判断试样碱溶浊度。

4.5.2 仪器

比色管：25mL 具塞标准比色管一套，要求直径、高度、壁厚相等。

4.5.3 试剂和溶液

4.5.3.1 氯化钠(GB 1266)

4.5.3.2 氢氧化钠(GB 629)溶液：10g/L；

4.5.3.3 硝酸(GB 337)：(1+3)溶液

4.5.3.4 硝酸银(GB 670)标准溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol/L}$ ，按 GB 601 规定方法配制。

4.5.4 氯化银浊度标准溶液的配制：

4.5.4.1 1号氯标准溶液配制 称取 0.164g(精确至 0.000 2g)经 500~600℃灼烧至恒重的氯化钠(4.5.3.1)于 1 000mL 容量瓶中，加水溶解，并用水稀释至刻度，摇匀备用，此溶液 1mL 含有氯 0.1mg。

4.5.4.2 2号氯标准溶液配制 将 1号氯标准溶液用水稀释 10 倍，此溶液 1mL 含有氯 0.01mg。

4.5.4.3 3号氯标准溶液配制 将 1号氯标准溶液用水稀释 100 倍，此溶液 1mL 含有氯 0.001mg。

4.5.5 浊度标准溶液的配制：

在 5 支比色管中分别按表 2 配制浊度标准溶液，盖上比色管塞子充分摇匀，并放置 15min。

表 2 浊度标准溶液

浊 度	浊 度 标 准 溶 液				
	氯标准溶液,mL		水,mL	硝酸,mL	硝酸银溶液(滴数)
澄清透明	3 号	2.0	18.0	1	5
基本澄清透明	3 号	6.0	14.0	1	5
略有微浊	2 号	1.2	18.8	1	5
微浊	2 号	6.0	14.0	1	5
混浊	1 号	4.0	16.0	1	5

4.5.6 分析步骤

称取试样约 2g(精确至 0.000 2g)于 100mL 烧杯中，加入 50mL 氢氧化钠(4.5.3.2)溶液在 25~30℃溶解，待冷至室温后量取 20mL 溶液于比色管中。

将装有试样溶液及浊度标准溶液的比色管置于比色管架上，比色管底部用黑纸相衬，正对白色背景，从上往下观察，轴线比色而求得相应的浊度等级。

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 取样方法

以批为单位随机取样，生产厂以一次拼混的均匀产品为一批，用户则以收到的同一生产厂相同批号

的产品为一批。取样数不得低于 $\sqrt{\frac{N}{2}}$ 〔N 为每批产品的袋(桶)数。〕如遇有小数时,则进为整数。小批产品取样时取样数不得少于 3 袋(桶)。

取样时,用取样器分别由上、中、下部取样,混合均匀后,取约 200g 分装于两个清洁干燥的磨口棕色瓶中,瓶口用石蜡密封,贴上标签,注明生产厂名称、批号和取样时间,一瓶供检验,一瓶供保存备查。

5.3 生产检验

乙酰乙酰苯胺应由生产厂质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的乙酰乙酰苯胺符合本标准的要求,并附有一定格式的质量合格证。

检验结果的判定按 GB 1250 中修约值比较法进行。

5.4 用户验收

用户有权按本标准的各条规定,对所收到的乙酰乙酰苯胺进行核验。核验其质量是否符合本标准的要求。

5.5 复验

如果检验结果不符合本标准要求,应重新自两倍量的编织袋(桶)中取样进行复验,复验结果即使只有一项指标不合格,则整批产品为不合格品。

5.6 仲裁

如供需双方对结果有争议需仲裁时,仲裁机构可由双方协商选定,仲裁方法按本标准的各项规定进行。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 编织袋(桶)上应有牢固清晰的标志,注明生产厂名称、产品名称、注册商标、标准编号、批号、规格、毛重、净重,并附有产品质量合格证。

6.2 乙酰乙酰苯胺应装于内衬塑料袋的编织袋(桶)中,每袋(桶)净重 25kg,其他包装与用户协商确定。

6.3 运输时应小心轻放,防火、防晒、防雨,切勿损坏包装。

6.4 产品应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由青岛染料厂负责起草。

本标准主要起草人陶美新、温惠琼。

本标准参照采用日本工业标准 JIS K 4173—81《乙酰乙酰苯胺类》。