

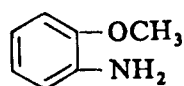
## 1 主题内容与适用范围

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, $^{\circ}C$	$\geq 6.6$	$\geq 6.3$
邻氨基苯甲醚, %	$\geq 99.0$	$\geq 98.5$
低沸物, %	$\leq 0.20$	$\leq 0.30$
邻氯苯胺, %	$\leq 0.40$	$\leq 0.60$
对氨基苯甲醚, %	$\leq 0.50$	$\leq 0.50$
高沸物, %	$\leq 0.10$	$\leq 0.30$
水分, %	$\leq 0.30$	$\leq 0.50$

## 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  $\mu$ L。

#### 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  $\mu$ m；

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；