

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2548—2020

代替 HG/T 2548—2006

吐氏酸 (2-氨基-1-萘磺酸)

Tobias acid (2-Amino-1-naphthalenesulfonic acid)

2020-04-16 发布

2020-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2548—2006 《2-氨基-1-萘磺酸（吐氏酸）》。与 HG/T 2548—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准名称（见标准名称，2006 年版的标准名称）；
- 修改了标准的适用范围（见第 1 章，2006 年版的第 1 章）；
- 增加了 CAS RN（见第 1 章）；
- 增加了纯度控制项目、指标和测定方法（见第 3 章、5.5）；
- 将“总氨基值（以吐氏酸干品计）（质量分数）”修改为“吐氏酸的质量分数（氨基值）”，同时修改了指标（见第 3 章，2006 年版的第 3 章）；
- 修改了水分的质量分数优等品指标（见第 3 章，2006 年版的第 3 章）；
- 修改了外观的评定方法（见 5.3，2006 年版的 5.2）；
- 增加了吐氏酸的质量分数（氨基值）测定原理（见 5.4.1）；
- 修改了吐氏酸的质量分数（氨基值）测定的计算公式（见 5.4.4，2006 年版的 5.3.2）；
- 修改了 2-萘胺的质量分数测定中的标准溶液配制方法（见 5.6.5，2006 年版的 5.4.5）；
- 删除了“安全”（见 2006 年版的第 7 章、7.5）。

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/TC134）归口。

本标准起草单位：沈阳沈化院测试技术有限公司、内蒙古乌海亚东精细化工有限公司、唐山华熠实业股份有限公司、山东世纪阳光科技有限公司、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：杨杰民、高岚、齐雷、何敬华、薛岩、赵志敏、李新勇、侯亚会、蒲爱军、姬兰琴。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- ZBG 56001—1986；HG 2548—1993；HG/T 2548—2006。

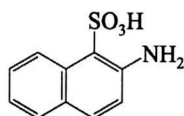
吐氏酸 (2-氨基-1-萘磺酸)

1 范围

本标准规定了吐氏酸 (2-氨基-1-萘磺酸) 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。

本标准适用于吐氏酸产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₁₀H₉NO₃S

相对分子质量：223.245 (按 2015 年国际相对原子质量)

CAS RN: 81-16-3

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 2386—2014 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法 (mod ISO 3696:1987)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

吐氏酸的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 吐氏酸的质量要求

序号	项 目	指 标			试验方法章条号
		优等品	一等品	合格品	
1	外观	白色至浅红色粉末			5.3
2	吐氏酸的质量分数（氨基值）/%	≥97.50	≥97.50	≥96.50	5.4
3	吐氏酸的纯度/%	≥99.00	≥98.00	≥97.00	5.5
4	2-萘胺的质量分数/%	≤0.01	≤0.10	≤0.25	5.6
5	水分的质量分数/%	≤0.50	≤1.00	≤2.00	5.7

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。所采样品的包装应完好，采样时不应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，所采样品总量应不少于 200 g。将采取的样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的棕色瓶中，其上粘贴标签，注明：产品名称、批号、生产厂名称、采样日期、地点。一个供检验用，另一个保存备查。

5 试验方法

5.1 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。

5.2 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—2008 中规定的三级水。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 4.3.3 修约值比较法进行。

5.3 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.4 吐氏酸的质量分数（氨基值）的测定

5.4.1 测定原理

采用重氮化法，即利用芳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。

5.4.2 试剂和溶液

5.4.2.1 溴化钾。

5.4.2.2 氨水溶液：氨水与水的体积比=1：4。

5.4.2.3 盐酸溶液：盐酸与水的体积比=1:1。

5.4.2.4 亚硝酸钠标准滴定溶液： $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601 的规定配制和标定，标定时用淀粉碘化钾试纸指示终点。

5.4.2.5 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.3 测定步骤

称取约 5 g（精确至 0.000 1 g）吐氏酸试样，加入少量水润湿，再加入 10 mL 氨水溶液，待试样全部溶解后，移入 250 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。吸取 25.00 mL 上述试液，置于 800 mL 烧杯中，加入 600 mL 水、40 mL 盐酸溶液和 5 g 溴化钾，控制溶液温度为 15℃~20℃，在搅拌下用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时将滴定管尖端插入液面下，近终点时将滴定管提出液面，用少量水将尖端洗涤，再逐滴加入，以淀粉-碘化钾试纸检验终点。当试液点在试纸上呈微蓝色并保持 3 min 不消失，即为终点。同时做空白试验。

5.4.4 结果计算

吐氏酸的质量分数（氨基值）以 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c[(V-V_0)/1\,000]M}{m_1 \times (25/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

M ——吐氏酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_3\text{S})=223.245]$ ；

m_1 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

1 000——体积换算系数；

25——吸取试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

250——容量瓶的体积的数值，单位为毫升（mL）。

计算结果保留到小数点后 2 位。

5.4.5 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.25%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

5.5 吐氏酸的纯度的测定

5.5.1 测定原理

采用反相高效液相色谱法分离吐氏酸及其各有机杂质组分，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法计算吐氏酸的纯度。

5.5.2 仪器设备

5.5.2.1 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±1%；

检测器：多波长紫外分光检测器或具有同等性能的其他分光检测器。

5.5.2.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 5 μm C_{18} 。

5.5.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.5.2.4 微量注射器或自动进样器。

5.5.2.5 分析天平：精度为 0.1 mg。

5.5.2.6 微孔过滤膜（水相）：孔径为 0.45 μm。

5.5.2.7 针式过滤器：孔径为 0.45 μm。

5.5.2.8 超声波发生器。

5.5.3 试剂和溶液

5.5.3.1 甲醇：色谱纯。

5.5.3.2 四乙基溴化铵水溶液：1 g/L。

5.5.3.3 水：经微孔过滤膜（水相）过滤。

5.5.4 色谱分析条件

5.5.4.1 流动相：甲醇与四乙基溴化铵水溶液的体积比—20 : 80。

5.5.4.2 检测波长：254 nm。

5.5.4.3 流量：0.8 mL/min。

5.5.4.4 柱温：35℃。

5.5.4.5 进样量：5 μL。

5.5.5 试样溶液的制备

称取约 0.05 g（精确至 0.000 1 g）试样于 100 mL 容量瓶中，加少量水润湿，加入 2 滴~3 滴氨水，溶解后用水稀释至刻度，混合均匀，于超声波发生器中振荡、充分溶解、脱气，冷却至室温，进样前用针式过滤器过滤。

5.5.6 测定步骤

可根据不同仪器设备选择最佳分析条件，流动相摇匀后应用超声波发生器进行脱气。开启色谱仪，待仪器各项操作条件稳定后用微量注射器或自动进样器吸取试样溶液注入进样阀中，待最后一个组分流出完毕（见图 1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.5.7 结果计算

吐氏酸的纯度以 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_1 ——试样中吐氏酸的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中吐氏酸及其各有机杂质的峰面积之和。

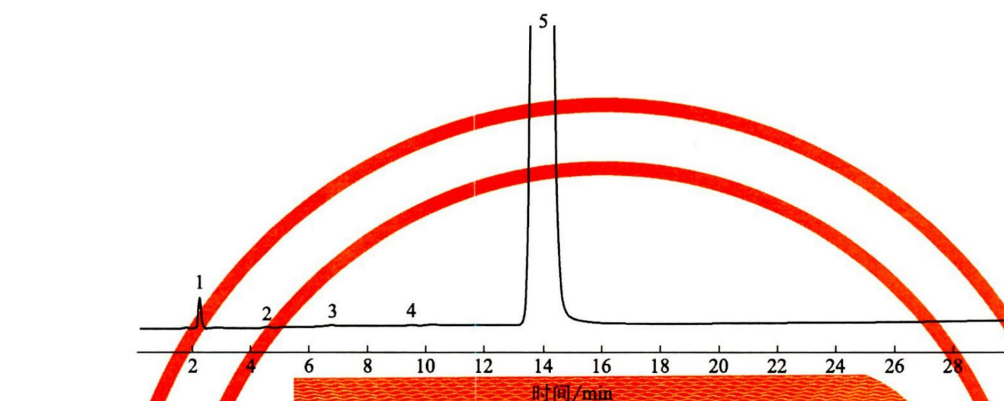
计算结果保留到小数点后 2 位。

5.5.8 允许差

吐氏酸的纯度两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%，取其算术平均值作为测定结果。

5.5.9 色谱示意图

吐氏酸的液相色谱示意图见图 1。



说明：

- 1——未知物；
- 2——未知物；
- 3——未知物；
- 4——未知物；
- 5——吐氏酸。

图 1 吐氏酸的液相色谱示意图

5.6 2-萘胺的质量分数的测定

5.6.1 测定原理

采用气相色谱法，在毛细管色谱柱上分离 2-萘胺及其他有机杂质含量，经氢火焰离子化检测器（FID）检测，采用峰面积内标法定量。

5.6.2 仪器设备

5.6.2.1 气相色谱仪：仪器灵敏度应符合 GB/T 9722—2006 中 6.4.2 的规定，仪器稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 的规定。

5.6.2.2 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

5.6.2.3 毛细管色谱柱：长 30 m，内径 0.32 mm，膜厚 0.25 μm ，固定相为（5% 苯基）-甲基聚硅氧烷，或能达到同等分离效果的其他毛细管柱。

5.6.2.4 微量注射器或自动进样器。

5.6.2.5 分析天平：精度为 0.000 1 g。

5.6.2.6 提取器：由硬质玻璃制成，管状，具有磨口和瓶塞，50 mL。

5.6.2.7 色谱工作站或积分仪。

5.6.2.8 超声波发生器。

5.6.3 试剂和溶液

5.6.3.1 甲苯。

5.6.3.2 盐酸溶液：盐酸与水的体积比=9：100。

5.6.3.3 氢氧化钠溶液：100 g/L。

5.6.3.4 2-萘胺：含量 $\geq 98.0\%$ （质量分数）。

5.6.3.5 联苯：含量 $\geq 98.0\%$ （质量分数）。

5.6.4 色谱分析条件

色谱操作条件如表 2 所示。可根据仪器设备不同，选择最佳分析条件。

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	氮气
载气压力/kPa	70
柱温/℃	200
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	300
燃烧气（氢气）流量/(mL/min)	30
助燃气（空气）流量/(mL/min)	300
补偿气	氮气
补偿气流量/(mL/min)	20
分流比	20：1
进样量/ μL	1.0

5.6.5 溶液配制

5.6.5.1 2-萘胺标准贮备溶液的配制

称取 0.05 g（精确至 0.000 1 g）2-萘胺于小烧杯中，加入适量水和 1 mL 盐酸溶液溶解（如溶解较慢可稍加热），移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液浓度为 1 000 mg/L。存放于 15℃ 以下，有效期 2 个月。

5.6.5.2 联苯（内标物）贮备溶液的配制

称取 0.01 g（精确至 0.000 1 g）联苯（内标物），用甲苯溶解后，移入 100 mL 容量瓶中，用甲苯稀释至刻度。此溶液浓度为 100 mg/L。存放于 15℃ 以下，有效期 2 个月。

5.6.5.3 标准工作溶液的配制

于提取器中加入与试样中 2-萘胺含量相近的标准贮备溶液（5.6.5.1），加入 2.5 mL 氢氧化钠溶

液，再加入 5.0 mL 联苯（内标物）贮备溶液（5.6.5.2），加水稀释、定容至 50 mL。盖紧瓶塞，激烈振荡 2 min。静置分层，上层溶液（甲苯层）为标样萃取液，待进样。

5.6.5.4 试样溶液的配制

称取约 4 g（精确至 0.000 1 g）试样于 50 mL 烧杯中，加入 25 mL 氢氧化钠溶液，将烧杯置于电炉上加热溶解至近沸。移入提取器中，加入 5.0 mL 联苯（内标物）贮备溶液（5.6.5.2），用水稀释至 50 mL。盖紧瓶塞，激烈振荡 2 min。冷却分层，上层溶液（甲苯层）为试样萃取液，待进样。

5.6.6 测定步骤

开机预热，待仪器运行稳定后分别进试样萃取液和标样萃取液，待出峰完毕后，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.6.7 结果计算

相对校正因子以 f 计，按公式（3）计算：

$$f = \frac{m_{ss} A_{is}}{m_{is} A_{ss}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

2-萘胺的质量分数以 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{m_{is} A_2}{m_2 A_{is}} \times f \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_{ss} ——标准工作溶液中 2-萘胺的质量的数值，单位为克（g）；

A_{is} ——标准工作溶液中联苯的峰面积；

m_{is} ——标准工作溶液中联苯的质量的数值，单位为克（g）；

A_{ss} ——标准工作溶液中 2-萘胺的峰面积；

A_2 ——吐氏酸试样中 2-萘胺的峰面积；

m_2 ——吐氏酸试样的质量的数值，单位为克（g）。

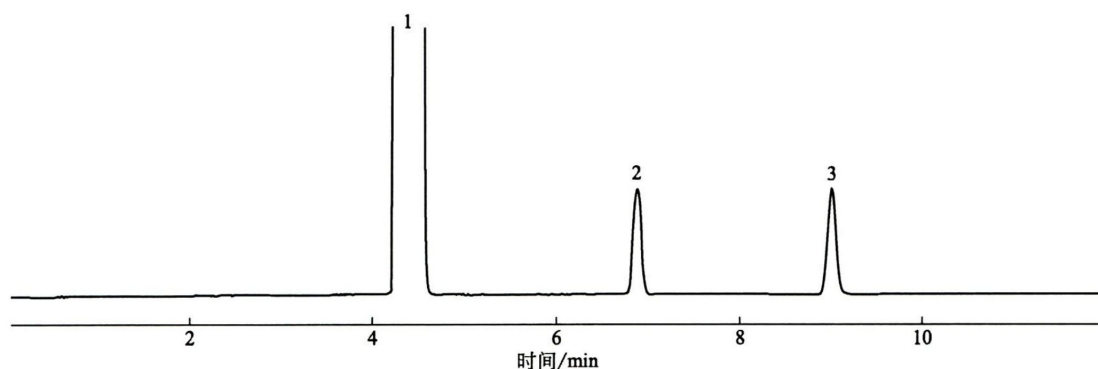
计算结果保留到小数点后 2 位。如结果小于 0.01%，则保留 1 位有效数字。

5.6.8 允许差

优等品的 2-萘胺含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.003%（质量分数），一等品和合格品的 2-萘胺含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.01%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

5.6.9 色谱图

2-萘胺测定的气相色谱示意图见图 2。



说明：

- 1——溶剂；
- 2——联苯（内标物）；
- 3——2-萘胺。

图2 吐氏酸中2-萘胺的气相色谱示意图

5.7 水分的质量分数的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.2 “烘干法” 的规定进行。烘干温度为 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，烘干时间为 4 h。两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

吐氏酸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吐氏酸产品均符合本标准的要求。

6.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定，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，则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

吐氏酸的每个包装上都应涂上牢固、清晰的标志。

标志内容至少应有：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、地址；
- c) 生产日期；
- d) 净含量。

7.2 标签

吐氏酸应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号和等级。

7.3 包装

吐氏酸用内衬塑料袋的聚丙烯编织袋包装。每袋净含量 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ ，用铁桶包装（内衬塑料袋）时每桶净含量 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$ ，桶盖密封。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

吐氏酸运输时应轻取、轻放，防止曝晒、碰撞、雨淋和包装破损。

7.5 贮存

吐氏酸贮存时应远离火源，放置在阴凉、干燥处。
