

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号: 45332—2014

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3752—2014

代替 HG/T 3752 2004

---

### 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸

6-Nitro-1,2-azoxynaphthalene -4-sulfonic acid

2014-05-12 发布

2014-10-01 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《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3752—2004《6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸》，与 HG/T 3752—2004 相比除编辑性修改外主要技术变化如下：

——删除了产品用途的说明(见 1,2004 年版的 1)；

——增加了 CAS RN(见 1)；

修改了 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸及有机杂质液相色谱定量方法(见 5.3,2004 年版的 5.2)；

增加了水不溶物质引用标准并简化了测定方法的描述(见 5.5,2004 年版的 5.4)；

修改了“检验规则”的表述(见 6,2004 年版的 6)；

修改了“标志、标签”内容(见 7.1、7.2,2004 年版的 7.1)；

增加了包装规定中净含量误差范围(见 7.3,2004 年版的 7.2)。

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：江苏远征化工有限公司、河北永泰柯瑞特化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：王海民、吕双、马玉霄、李春梅、叶丽丽、冯玉洁。

本标准于 2004 年 12 月首次发布,本次为第一次修订。

## 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸

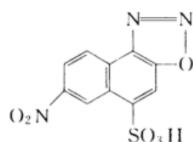
警告:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的要求、采样、检验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸产品的质量控制。

结构式:



分子式:  $C_{10}H_5N_3O_6S$

相对分子量: 295.23 (按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 50412-00-5

### 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 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

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

### 3 要求

6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量应符合表 1 的要求。

表 1 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	一等品	合格品	
(1) 外观	浅黄色至棕色晶体 (外观在贮存时颜色允许变深)		5.2
(2) 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量分数/%	$\geq 75.0$	70.0	5.3
(3) 8-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量分数/%	$\leq 2.0$	4.0	5.3
(4) 1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量分数/%	$\leq 0.2$	1.0	5.3
(5) 游离酸的质量分数(以硫酸计)/%	$\leq 5.0$	6.5	5.4
(6) 水不溶物的质量分数/%	$\leq 0.1$	0.2	5.5

## 4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定采样。所采产品的包装必须完好,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、密封良好的容器中,其上粘贴标签。注明:产品名称、产品批号、生产厂名称、取样日期、取样地点。一个供检验,另一个保存备查。

## 5 检验方法

### 5.1 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 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、指示剂,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。

### 5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

### 5.3 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸及有机物质质量分数的测定

#### 5.3.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法,在  $C_{18}$  柱上以甲醇和磷酸二氢钾、磷酸二氢钠水溶液为流动相分离 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸及各有机物质组分,经紫外检测器检测,用外标法测定 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸、8-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸、1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量分数。

#### 5.3.2 仪器设备

- 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  $\pm 1\%$ ;检测器,多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。
- 色谱柱:长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为  $C_{18}$  5  $\mu\text{m}$ 。
- 色谱工作站或积分仪。
- 定量环:10  $\mu\text{L}$ 。
- 分析天平:精度 0.01 mg。
- 超声波发生器。

#### 5.3.3 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯;
- 冰乙酸;
- 磷酸二氢钾;
- 磷酸二氢钠;
- 缓冲盐水溶液:5 g/L 磷酸二氢钾,1.28 g/L 磷酸二氢钠,1 mL/L 冰乙酸;
- 水:经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤;
- 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸混合标准品。

#### 5.3.4 色谱分离条件

- 流动相体积配比:甲醇与缓冲盐水溶液的体积比为 30:70;
- 波长:254 nm;
- 流量:0.8 mL/min;
- 柱温:室温;
- 进样量:10  $\mu\text{L}$ 。

可根据装置不同选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

### 5.3.5 标准溶液的制备

称取 45 mg(精确至 0.01 mg)6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸标准品,置于 50 mL 棕色容量瓶中,用水溶解稀释至刻度(标样溶液应避光保存在冰箱冷藏室,保存期为 1 周)。

### 5.3.6 测定步骤

称取试样约 2.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 500 mL 棕色容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度。用移液管吸取此溶液 10.0 mL 置于 50 mL 棕色容量瓶中,盖紧瓶塞,充分混合均匀,为试样溶液。试样溶液需现用现配,并避光保存。

待仪器运行稳定后,分别吸取标准溶液和试样溶液依次注入 10  $\mu$ L 定量环中,进样顺序:标准溶液、样品溶液、样品溶液、标准溶液。待组分流出完毕(色谱图见图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

### 5.3.7 结果计算

6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸及各组分的质量分数以  $w_i$  计,数值用 % 表示,按公式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i m_s w_s}{A_s m_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$A_i$  试样中 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸及各组分的峰面积的数值;

$m_s$  标样中 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸及各组分的质量的数值,单位为克(g);

$w_s$  标样中 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸及各组分的质量分数,数值以 % 表示;

$A_s$  标样中 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸及各组分的峰面积的数值;

$m_i$  试样 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量的数值,单位为克(g)。

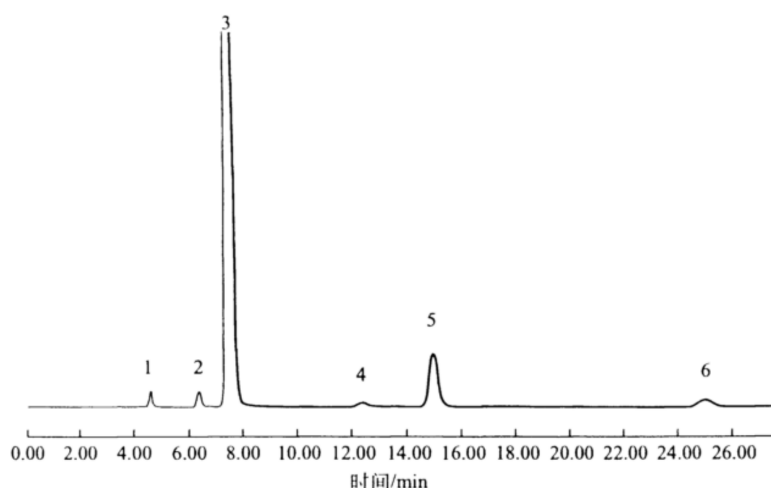
计算结果保留到小数点后 2 位。

### 5.3.8 允许差

6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸平行测定结果之差应不大于 0.50 % (质量分数),其他组分平行测定结果之差应不大于 0.10 % (质量分数),取其算数平均值作为测定结果。

### 5.3.9 色谱图

色谱图见图 1。



说明:

- 1——未知物 1;
- 2——1,2-重氮氧基萘-4-磺酸;
- 3——6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸;
- 4——未知物 2;
- 5——8-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸;
- 6——多硝物。

图 1 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸液相色谱示意图

#### 5.4 游离酸质量分数的测定

##### 5.4.1 方法提要

用氢氧化钠滴定试样中的总酸,以酸度计指示终点,总酸扣除磺酸即为游离酸含量。

##### 5.4.2 仪器设备

- a) 酸度计:具有 0.1 pH 单位的精确度;
- b) 电极:玻璃电极和甘汞电极或复合电极。

##### 5.4.3 试剂和溶液

- a) 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ ;
- b) 标准缓冲溶液(混合磷酸盐): $\text{pH}=6.86(25^\circ\text{C})$ 。

##### 5.4.4 测定步骤

称取试样约 5 g(精确至 0.001 g),置于 400 mL 烧杯中,加水 300 mL,打开磁力搅拌使之溶解,然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至  $\text{pH}=7.0$ (用校正过的酸度计指示)。

##### 5.4.5 结果计算

###### 5.4.5.1 总酸质量分数的计算

总酸的质量分数以  $w_1$  计,数值用%表示,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 V_1 (M/2)}{m_1 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $c_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升( $\text{mol/L}$ );
- $V_1$ ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $M$ ——硫酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔( $\text{g/mol}$ )( $M=98.08$ );
- $m_1$ ——试样的质量数值,单位为克( $\text{g}$ )。

计算结果保留到小数点后 2 位。

#### 5.4.5.2 游离酸质量分数的计算

游离酸的质量分数以  $w_2$  计,数值用%表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = w_1 - 0.16597(w_{i-6} + w_{i-8}) - 0.19582w_{i-1,2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$w_2$  总酸的质量分数,数值以%表示;

0.16597 1 mol 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸和 1 mol 8-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸换算成 1 mol 硫酸的系数;

$w_{i-6}$  6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量分数,数值以%表示;

$w_{i-8}$  8-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量分数,数值以%表示;

0.19582 1 mol 1,2-重氮氧基萘-4-磺酸换算成 1 mol 硫酸的系数;

$w_{i-1,2}$  1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的质量分数,数值以%表示。

计算结果保留到小数点后 2 位。

#### 5.4.6 允许差

游离酸质量分数平行测定结果之差不大于 0.20 %,取其算术平均值作为测定结果。

#### 5.5 水不溶物质量分数的测定

按 GB/T 2381—2006 的规定进行。

### 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

6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸应由生产厂的质量检验部门检验,合格后附合格证明方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸都符合本标准的要求。

#### 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,则整批产品不合格。

### 7 标志、标签、包装、运输和贮存

#### 7.1 标志

6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸的每个包装上都应涂印耐久、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) 生产许可证编号和标志(如适用);
- e) 净含量。

#### 7.2 标签

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

#### 7.3 包装

6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸用内衬塑料袋(塑料袋应扎口)的铁桶包装,每桶净含量 40 kg ± 0.4 kg。其他包装可与用户协商确定。

#### 7.4 运输

6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸产品在运输过程中应避免日晒、受潮。装卸时做到轻上轻下。

#### 7.5 贮存

6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸应贮存于阴凉、干燥、通风、防热、防晒、防潮的库房内。自生产之日起,贮存期为 1 年。

中 华 人 民 共 和 国  
化 工 行 业 标 准  
**6-硝基-1,2-重氮氧基萘-4-磺酸**

HG/T 3752—2014

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$  字数14.4千字

2014年9月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1744

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：10.00 元

版权所有 违者必究