

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:38653—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3770—2012

代替 HG/T 3770—2005

间-(β -羟乙基砵硫酸酯)苯胺

m-(β -Hydroxyethylsulfonyl sulfate ester) aniline

2012-12-28 发布

2013-06-01 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 3770—2005《间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺》，与 HG/T 3770—2005 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 修改了外观的描述(见 3, 2005 年版的 3)；
- 提高了各等级总氨基值的指标(见 3, 2005 年版的 3)；
- 增加了水不溶物的测定中允许差的规定(见 5.6.4)；
- 修改了包装的规定(见 7.3, 2005 年版的 7.3)。

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：台州市前进化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：孙扬、吕双、陈日刚。

本标准于 2005 年 7 月首次发布，本次为第一次修订。

间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺

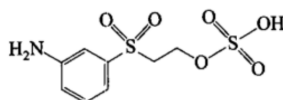
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺产品的质量控制。

结构式:



分子式: $C_8H_{11}NO_6S_2$

相对分子质量: 281.31(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 2494-88-4

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,仅所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—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

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

间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	一等品	合格品	
(1) 外观	类白色至微红色结晶粉末		5.2
(2) 总酸度(以硫酸计)的质量分数/%	≤ 20.00	25.00	5.3
(3) 总氨基值[以间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺计]/%	≥ 90.00	85.00	5.4
(4) 间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺的纯度(HPLC)/%	≥ 97.00	95.00	5.5
(5) 间-(β -羟乙基砒)苯胺的含量(HPLC)/%	≤ 1.00	1.50	5.5
(6) 水不溶物的质量分数/%	≤ 0.10	0.20	5.6

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、批号,生产厂名称,取样日期、地点。一个供检验,另一个保存备查。

5 试验方法

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 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 总酸度值(以硫酸计)的测定

5.3.1 测定原理

用氢氧化钠滴定试样中的总酸,以甲基红指示液指示终点。

5.3.2 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) 甲基红指示液:1 g/L。

5.3.3 测定步骤

称取试样约 2.5 g(精确至 0.000 2 g)于 250 mL 玻璃锥形瓶中,加入 100 mL 沸水溶解样品,冷却至室温后加甲基红指示液 8~10 滴,在不断搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色突变成黄橙色为终点。此为溶液 A。保留溶液 A,用于总氨基值的测定。同时作空白试验。

5.3.4 结果计算

总酸度以质量分数 w_1 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1(V_1 - V_0)M}{m_1 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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(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(mL);
- V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——硫酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=49.04\right]$;
- m_1 ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.5 允许差

总酸度平行测定结果之差不大于 0.50 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 总氨基值[以间-(β -羟乙基砷硫酸酯)苯胺计]的测定

5.4.1 测定原理

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸存在条件下与亚硝酸钠发生重氮化反应生成重氮盐的原理进行测定。

5.4.2 试剂和溶液

- a) 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:1;

- b) 溴化钾溶液:100 g/L;
- c) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.5 \text{ mol/L}$,终点判定用淀粉-碘化钾试纸;
- d) 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.3 测定步骤

在本标准 5.3 测定总酸度的溶液 A 中加 30 mL 盐酸溶液、20 mL 溴化钾溶液,冷却至 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$ 。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,滴定近终点时把滴定管尖端提离液面,继续滴定使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈,并保持 3 min 不变即为终点。

在相同条件下做空白试验。

5.4.4 结果计算

总氨基值以质量分数 w_2 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c_2(V_2 - V_3)M}{m_1 \times 1000} \times 100 \quad (2)$$

式中:

- c_2 ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_3 ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_6\text{S}_2)=281.31$];
- m_1 ——溶液 A 中试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.5 允许差

总氨基值平行测定结果之差不大于 0.50 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.5 间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺纯度及有机杂质含量的测定

5.5.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法,在十八烷基键合柱上,以甲醇和水及有机盐为流动相,分离间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺及各有机杂质组分,经紫外检测器(254 nm)检测,用峰面积归一化法计算间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺的纯度及各有机杂质的含量。

5.5.2 仪器设备

- a) 液相色谱仪:输液泵流量范围 $0.1 \text{ mL/min}\sim 5.0 \text{ mL/min}$,在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$;检测器为多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器;
- b) 色谱柱:长为 $150 \text{ mm}\sim 250 \text{ mm}$,内径为 $3.5 \text{ mm}\sim 4.6 \text{ mm}$ 的不锈钢柱,固定相为 $5 \mu\text{m C}_{18}$ 填料;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 平头微量注射器: $25 \mu\text{L}$;
- e) 超声波发生器;
- f) 分析天平:感量 $\pm 0.1 \text{ mg}$ 。

5.5.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 四甲基溴化铵水溶液: 0.01 mol/L ;
- c) 甲醇水溶液:甲醇与水的体积比 = 30 : 70;
- d) 水:经 $0.45 \mu\text{m}$ 膜过滤。

5.5.4 色谱操作条件

- a) 流动相:甲醇与四甲基溴化铵水溶液的体积比 = 30 : 70;

- b) 波长: 254 nm;
c) 流量: 1.0 mL/min;
d) 进样量: 5 μ L;
e) 柱温: 室温。

可根据不同仪器设备,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。

5.5.5 测定步骤

称取适量试样,用甲醇水溶液溶解并稀释至浓度约为 1.0 mg/mL,盖紧瓶塞,置入超声波发生器中振荡,待试样完全溶解后,摇匀,过滤,备用。

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取 5 μL 试样溶液注入进样阀中,待最后一个组分流出完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.5.6 结果计算

间-(β -羟乙基砷硫酸酯)苯胺纯度及各有机杂质含量以 w_i 计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum_i A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_i ——试样中间-(β -羟乙基砷硫酸酯)苯胺及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中间-(β -羟乙基砷硫酸酯)苯胺及各有机杂质的峰面积数值之和。

计算结果表示到小数点后两位。

5.5.7 允许差

间-(β-羟乙基砷硫酸酯)苯胺平行测定结果之差应不大于 0.50 %，其他有机杂质平行测定结果之差应不大于 0.10 %，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。

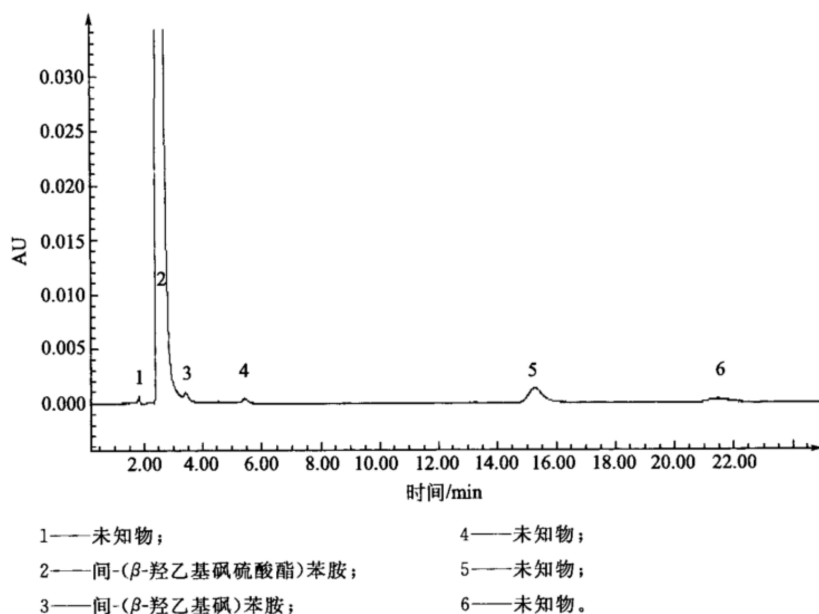


图 1 间-(β -羟乙基砷硫酸酯)苯胺液相色谱示意图

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 仪器设备

- a) 恒温干燥箱;
- b) G_4 坩埚式过滤器。

5.6.2 测定步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 200 mL 烧杯中,加 80 mL 热水 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 溶解,用已在 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒重的 G_4 坩埚式过滤器趁热过滤,用热水 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 洗涤至滤液无色后,将抽干后的 G_4 坩埚式过滤器取出置于 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温干燥箱中,烘至恒重。

5.6.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值用%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_2 ——恒重后 G_4 过滤器与不溶残渣总质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——恒重后 G_4 过滤器质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——试样的质量数值,单位为克(g)。

结果计算表示到小数点后两位。

5.6.4 允许差

水不溶物含量平行测定结果之差应不大于 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 中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺应由生产厂的质量检验部门进行检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺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、贮存

7.1 标志

间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺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) 注册商标;
- d) 生产日期;
- e) 生产许可证编号和标志(如适用);
- f) 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、批号和等级。

7.3 包装

间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺用内衬聚乙烯薄膜的编织袋进行包装,每袋净含量 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ 或

50 kg±0.50 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺产品在运输过程中应小心轻放,防火、防晒、防潮,运输工具应清洁、干燥。

7.5 贮存

间-(β -羟乙基砒硫酸酯)苯胺应贮存于阴凉、通风、干燥的库房内。

中华人民共和国
化工行业标准
间-(β -羟乙基砷硫酸酯)苯胺

HG/T 3770—2012

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)

化学工业出版社印刷厂
880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数14千字
2013年4月北京第1版第1次印刷
书号:155025·1476

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