

ICS 71.100.01; 87.060.10
G 56
备案号: 65223—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2075—2018
代替 HG/T 2075—2006

J 酸 (2-氨基-5-萘酚-7-磺酸)

J Acid (2-Amino-5-naphthol-7-sulfonic acid)

2018-10-22 发布

2019-04-01 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 2075—2006 《J 酸（2-氨基-5-萘酚-7-磺酸）》。与 HG/T 2075—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了范围（见 1，2006 年版的 1）；
- 增加了 CAS RN（见 1）；
- 删除了潮品的规格（见 2006 年版的 3）；
- 增加了 J 酸纯度的控制项目、技术指标（见 3，2006 年版的 3）；
- 增加了 J 酸纯度试验方法（见 5.5）；
- 修改了 γ 酸含量、碱不溶物质量分数技术指标（见 3，2006 年版的 3）；
- 修改了外观的评定方法（见 5.3，2006 年版的 5.2）；
- 删除了 J 酸含量的测定（液相色谱法）（见 2006 年版的 5.4）；
- 修改了 γ 酸含量、双 J 酸含量测定的液相色谱条件（见 5.5.4，2006 年版的 5.4.4）；
- 增加了水分质量分数测定结果的允许差（见 5.6）；
- 增加了碱不溶物质量分数测定结果的允许差（见 5.7.5）。

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：沈阳化工研究院有限公司、响水恒利达科技化工有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：张正富、吕双、杨杰民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2-1137—1977；HG/T 2075—1991；HG/T 2075—2006。

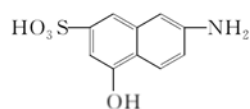
J 酸 (2-氨基-5-萘酚-7-磺酸)

1 范围

本标准规定了 J 酸 (2-氨基-5-萘酚-7-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 J 酸产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₁₀H₉NO₄S

相对分子质量：239.25 (按 2015 年国际相对原子质量)

CAS RN: 87-02-5

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 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

3 要求

J 酸的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 J 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	
1	外观	浅灰至浅棕色粉末		5.3
2	J 酸的质量分数/%	≥92.00	≥90.00	5.4
3	J 酸纯度/%	≥96.00	≥95.00	5.5
4	γ 酸含量/%	≤1.00		5.5
5	双 J 酸含量/%	≤0.20		5.5
6	水分的质量分数/%	≤1.00		5.6
7	碱不溶物的质量分数/%	≤0.10		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、密封良好的容器中，其上粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名称、采样日期、采样地点。一个供检验，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 J 酸的质量分数的测定

5.4.1 测定原理

在弱碱性介质中，J 酸与已知浓度的对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液进行定量的偶合反应。

5.4.2 仪器设备

分析天平：感量±0.1 mg。

5.4.3 试剂和溶液

5.4.3.1 盐酸。

5.4.3.2 氯化钠。

5.4.3.3 对甲苯胺。

5.4.3.4 无水碳酸钠溶液：100 g/L。

5.4.3.5 溴化钾溶液：100 g/L。

5.4.3.6 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.3.7 快速定性滤纸。

5.4.3.8 亚硝酸钠标准滴定溶液： $c(\text{NaNO}_2)=0.5 \text{ mol/L}$ 。5.4.3.9 对甲苯胺盐酸盐标准滴定溶液： $c(\text{C}_7\text{H}_9\text{NCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。5.4.3.10 对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液： $c(\text{C}_7\text{H}_7\text{N}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.4 对甲苯胺盐酸盐标准滴定溶液的配制及标定

5.4.4.1 配制

称取 53.6 g 对甲苯胺于烧杯中，加少量水混合，加入 150 mL 盐酸，不断搅拌，再加水至全溶，过滤，稀释至 1 L 棕色容量瓶中，混匀，置于暗处。

5.4.4.2 标定

准确吸取 25 mL 上述对甲苯胺盐酸盐标准滴定溶液于 400 mL 烧杯中，加入 200 mL 水、10 mL 盐酸及 10 mL 溴化钾溶液，冷却至 15℃ 以下，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，再逐滴加入，以淀粉-碘化钾试纸检验终点。用玻璃棒蘸取 1 滴被滴定溶液，在淀粉-碘化钾试纸上呈微蓝色，并保持 5 min 后用同样方法检验，仍呈微蓝色，即为终点。同时做空白试验。

5.4.4.3 结果计算

对甲苯胺盐酸盐标准滴定溶液的浓度 c_1 按公式 (1) 计算：

$$c_1 = \frac{c(V_1 - V_2)}{V} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_1 ——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_2 ——空白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 ——吸取对甲苯胺盐酸盐标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

5.4.5 对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液的配制

准确吸取 50 mL 上述对甲苯胺盐酸盐标准滴定溶液，置于 250 mL 棕色容量瓶中，冷却至 0℃～5℃，用滴定管一次加入计算量的亚硝酸钠标准滴定溶液，保持温度 0℃～5℃，该溶液用淀粉-碘化

钾试纸试验应呈微蓝色，保持 5 min 以后用同样的方法检验，仍呈微蓝色，再加入 0.5 mL 亚硝酸钠标准滴定溶液，然后加冰水稀释至刻度，并置于暗处的冰浴中保持 15 min 后备用。该标准滴定溶液应现用现配，有效时间 6 h。

对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液的浓度 c_2 按公式 (2) 计算：

$$c_2 = \frac{c_1 V_3}{V_4} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_1 ——对甲苯胺盐酸盐标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_3 ——对甲苯胺盐酸盐标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_4 ——250 mL 棕色容量瓶的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

5.4.6 测定步骤

称取 0.5 g~1.0 g (精确至 0.000 1 g) J 酸，加入少量水调成糊状，加入 20 mL 无水碳酸钠溶液溶解后，再加入 50 mL 无水碳酸钠溶液，加水至总体积为 300 mL，冷却至 0℃~5℃，在充分搅拌下用冷却夹套滴定管一次性加入约 98 % 用量的对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液，加入 10 g 氯化钠进行盐析，继续滴定至以稀重氮盐溶液 (原重氮盐溶液稀释 10 倍) 与被测液在快速定性滤纸上接触处不产生浅橘红色为终点。

5.4.7 结果计算

J 酸的质量分数以 w_1 计，按公式 (3) 计算：

$$w_1 = \frac{(V_5/1\,000)c_2M}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V_5 ——对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c_2 ——对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

M ——J 酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=239.25$)；

m_1 ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后 2 位。

5.4.8 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.50 % (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 J 酸纯度、 γ 酸含量和双 J 酸含量的测定

5.5.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法分离 J 酸及各有机杂质组分，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法计算 J 酸纯度、 γ 酸含量和双 J 酸含量。

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 $\pm 1\%$ ；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。

5.5.2.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 5 μ m C₁₈ ODS。

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 超声波发生器。

5.5.2.6 微孔过滤膜（水相）：孔径为 $0.45\ \mu\text{m}$ 。

5.5.2.7 针式过滤器：孔径为 $0.45\ \mu\text{m}$ 。

5.5.2.8 分析天平：感量 $\pm 0.1\ \text{mg}$ 。

5.5.3 试剂和溶液

5.5.3.1 甲醇：色谱纯。

5.5.3.2 氨水溶液：1+4（体积比）。

5.5.3.3 四丁基溴化铵水溶液：2 g/L。

5.5.3.4 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：甲醇与四丁基溴化铵水溶液的体积比=30：70。

5.5.4.2 检测波长：254 nm。

5.5.4.3 流量：0.6 mL/min。

5.5.4.4 柱温：室温。

5.5.4.5 进样量：5 μL 。

5.5.5 试样溶液的制备

称取 0.04 g~0.05 g（精确至 0.000 1 g）J 酸试样于 100 mL 容量瓶中，加入 0.5 mL 氨水溶液使样品完全溶解，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，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。待最后一个组分流完（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

J 酸纯度、 γ 酸含量和双 J 酸含量以 w_i 计，按公式（4）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

A_i ——试样中 J 酸、 γ 酸、双 J 酸的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中 J 酸及各有机杂质的峰面积之和。

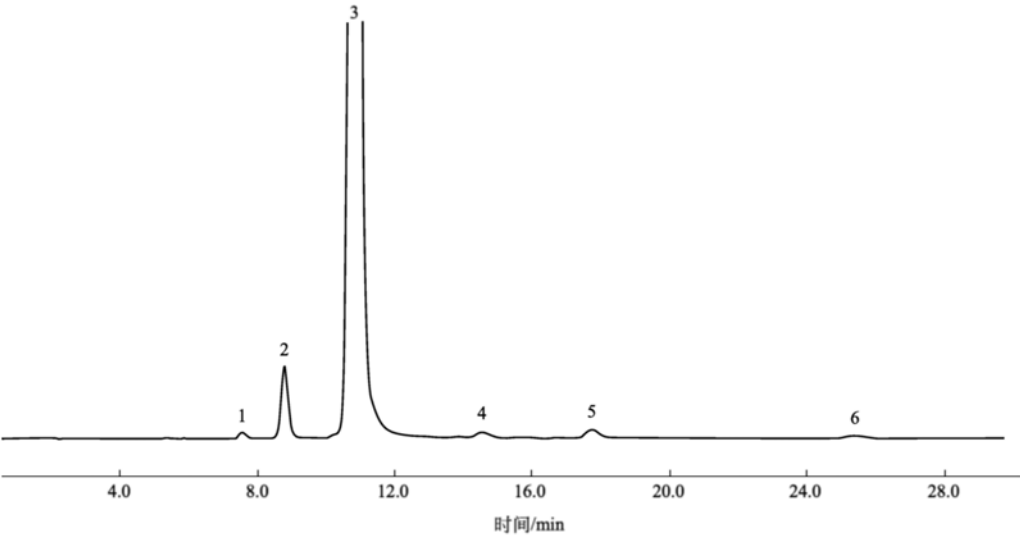
计算结果保留到小数点后 2 位。

5.5.8 允许差

J 酸纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.50 %（质量分数）， γ 酸含量和双 J 酸含量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。

5.5.9 色谱示意图

色谱示意图如图 1 所示。



说明：

- 1——未知物；
- 2—— γ 酸；
- 3——J 酸；
- 4——未知物；
- 5——未知物；
- 6——双 J 酸。

图 1 J 酸液相色谱示意图

5.6 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。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05 %（质量分数），取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.7 碱不溶物的质量分数的测定

5.7.1 仪器设备

5.7.1.1 恒温干燥箱。

5.7.1.2 分析天平：感量 ± 0.1 mg。

5.7.1.3 G3 玻璃坩埚过滤器。

5.7.2 试剂和溶液

5.7.2.1 碳酸钠溶液：100 g/L。

5.7.2.2 pH 试纸：pH=1~14。

5.7.3 测定步骤

称取约 3 g（精确至 0.000 1 g）J 酸样品，置于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，打成浆状，再加入 50 mL 碳酸钠溶液，搅拌至样品全部溶解后，用已在 100℃~105℃ 烘至恒量的 G3 玻璃坩埚过滤器过滤，用水洗涤至滤液对 pH 试纸不呈碱性反应为止，然后将过滤器在 100℃~105℃ 的恒温干燥箱中烘至恒量。

5.7.4 结果计算

碱不溶物的质量分数以 w_2 计，按公式（5）计算：

$$w_2 = \frac{m_3 - m_0}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_3 ——烘干后 G3 玻璃坩埚过滤器和不溶残渣的总质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——G3 玻璃坩埚过滤器的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

5.7.5 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05%（质量分数），取平行测定结果的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

J 酸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 J 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，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

J 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

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

J 酸装于内衬塑料袋的编织袋中，每袋净含量 $25\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

运输时防止曝晒、碰撞和雨淋。搬运中需小心轻放，不可与皮肤接触，防止吸入人体内。

7.5 贮存

J 酸应贮存于阴凉、干燥并具有良好通风的库房内，切勿曝晒和雨淋，并远离火源和热源。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准

J 酸 (2-氨基-5-萘酚-7-磺酸)

HG/T 2075—2018

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1 字数20.8千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2612

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：14.00 元

版权所有 违者必究