

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 56

备案号: 54417—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3387—2016

代替 HG/T 3387—2009

1-萘胺-4-磺酸钠

1-Naphthylamine-4-sulfonic acid sodium salt

2016-04-05 发布

2016-09-01 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 3387—2009《1-萘胺-4-磺酸钠》。与 HG/T 3387—2009 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 1-萘胺-4-磺酸钠的纯度指标（见 3）；
- 修改了外观的评定方法（见 5.2，2009 年版的 5.2）；
- 增加了 1-萘胺-4-磺酸钠的纯度测定方法（见 5.4）；
- 修改了 1-萘胺的质量分数色谱分析条件（见 5.4，2009 年版的 5.4）。

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：江苏华达化工集团有限公司、九江常宇化工有限公司、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：徐光辉、吕双、陆益、胡亚东、马燕东。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2—203—1965；HG 2—203—1980；HG/T 3387—1999；HG/T 3387—2009。

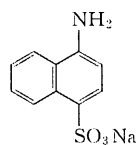
1-萘胺-4-磺酸钠

1 范围

本标准规定了 1-萘胺-4-磺酸钠产品的要求，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 1-萘胺-4-磺酸钠的产品质量控制。

结构式：



分子式：C₁₀H₈NNaO₃S

相对分子质量：245.23（按 2013 年国际相对原子质量）

CAS RN：130-13-2

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 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 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

1-萘胺-4-磺酸钠的质量应符合表 1 的要求。

表 1 1-萘胺-4-磺酸钠的质量要求

项 目	指 标		标准章条号
	优等品	一等品	
外观	灰白色结晶，贮存时允许颜色变深		5.2
1-萘胺-4-磺酸钠的质量分数/%	≥75.00	≥74.00	5.3
1-萘胺-4-磺酸钠的纯度/%	≥98.50	≥98.00	5.4
1-萘胺的质量分数/%	≤0.02	≤0.02	5.4
水不溶物的质量分数/%	≤0.10	≤0.20	5.5

HG/T 3387—2016

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

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。

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 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。

5.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.3 1-萘胺-4-磺酸钠的质量分数的测定

5.3.1 方法提要

利用芳香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。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 盐酸溶液：盐酸与水的体积比为 1 : 1。

5.3.2.2 亚硝酸钠标准滴定溶液： $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{ mol/L}$ ，标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点。

5.3.2.3 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

称取约 8 g 试样（精确至 0.0002 g），置于 600 mL 烧杯中，加入 200 mL 40℃～60℃ 的热水使之溶解，冷却至室温后移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。用移液管吸取 50 mL 上述溶液，注入盛有 900 mL 水的 1 000 mL 烧杯中，加热至 30℃～35℃，在不断搅拌下用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定。滴定时迅速一次性加入所需量的 95 % 的亚硝酸钠标准滴定溶液，搅拌 1 min～2 min 后，迅速一次性加入 40 mL 盐酸溶液，然后继续滴定，直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈并保持 5 min 不变即为终点。

在相同条件下做空白试验。

5.3.4 结果计算

1-萘胺-4-磺酸钠的质量分数（总氨基值）以 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c [(V - V_0) / 1\,000] M}{m (50 / 500)} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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——消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V₀——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——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- M——1-萘胺-4-磺酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[M(C₁₀H₈NNaO₃S) = 245.23]。

计算结果保留到小数点后 2 位。

5.3.5 允许差

1-萘胺-4-磺酸钠的质量分数两次平行测定结果之差不大于 0.30 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.4 1-萘胺-4-磺酸钠的纯度及 1-萘胺的质量分数的测定

5.4.1 方法原理

采用反相高效液相色谱法，在 C₁₈ 柱上，以甲醇与磷酸二氢钠水溶液为流动相分离 1-萘胺-4-磺酸钠及其他有机杂质，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法计算 1-萘胺-4-磺酸钠的纯度，用峰面积外标法计算 1-萘胺的质量分数。

5.4.2 仪器设备

- 5.4.2.1 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分光检测器。
- 5.4.2.2 色谱柱：长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C₁₈，粒径 5 μm。
- 5.4.2.3 色谱工作站或积分仪。
- 5.4.2.4 微量注射器或自动进样器。
- 5.4.2.5 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

- 5.4.3.1 甲醇：色谱纯。
- 5.4.3.2 磷酸二氢钠水溶液：0.6 g/L。
- 5.4.3.3 磷酸。

5.4.4 色谱分析条件

- 5.4.4.1 流动相：甲醇与磷酸二氢钠水溶液的体积比为 35：65，用磷酸调 pH=3。
- 5.4.4.2 波长：254 nm，220 nm。
- 5.4.4.3 流量：0.6 mL/min。
- 5.4.4.4 柱温：40℃。
- 5.4.4.5 进样量：10 μL。

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。

HG/T 3387—2016

5.4.4.6 标准溶液的制备

称取 50 mg 1-萘胺标准品（精确至 0.1 mg）于 50 mL 棕色容量瓶中，加入甲醇溶解，并稀释至刻度，混合均匀，于超声波发生器中振荡溶解，备用。此为标准储备溶液。

用移液管准确吸取一定体积的标准储备溶液于 25 mL 棕色容量瓶中，用流动相溶解，并稀释至刻度，混合均匀，于超声波发生器中振荡溶解，备用。此为标准工作溶液。如标准工作溶液浓度大于试样溶液中 1-萘胺的浓度，可按此方法进一步稀释，配制成与试样溶液中 1-萘胺浓度相近的标准工作溶液，备用。

5.4.5 试样溶液的制备

称取 50 mg 试样于 50 mL 容量瓶中，用甲醇与水混合溶液（35+65）溶解并稀释至刻度，于超声波发生器中振荡溶解，备用。

5.4.6 分析步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，吸取试样溶液注入进样器，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。1-萘胺-4-磺酸钠的纯度在检测波长为 254 nm 处进行积分计算，1-萘胺的质量分数在检测波长为 220 nm 处进行积分计算。

5.4.7 结果计算

1-萘胺-4-磺酸钠的纯度以 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 1-萘胺-4-磺酸钠的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积之和。

计算结果保留到小数点后 2 位。

1-萘胺的质量分数以 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{A_2 m_s w_s}{A_s m_1} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

A_2 ——试样中 1-萘胺的峰面积；

A_s ——标准工作溶液中 1-萘胺的峰面积；

w_s ——1-萘胺标准品的含量，以 % 表示；

m_s ——标准工作溶液中 1-萘胺的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_1 ——试样的质量的数值，单位为毫克（mg）。

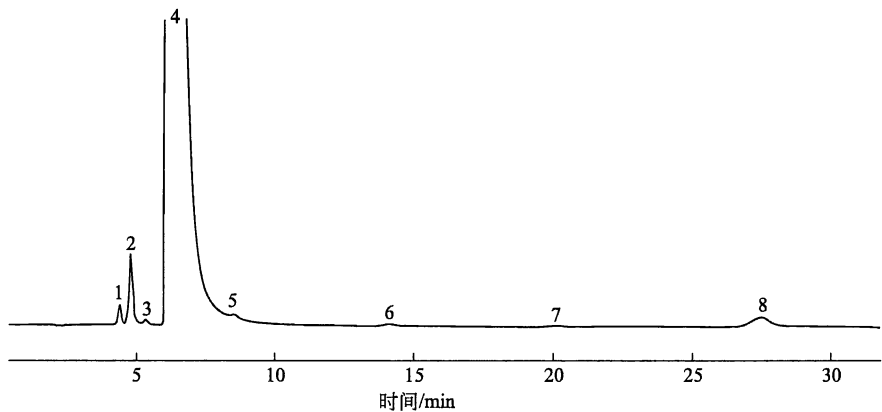
计算结果保留到小数点后 2 位。如结果小于 0.01 %，则保留 1 位有效数字。

5.4.8 允许差

1-萘胺-4-磺酸钠的纯度两次平行测定结果之差应不大于 0.10 %，1-萘胺的质量分数两次平行测定结果之差应不大于 0.01 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱图

色谱图见图 1。



- 说明：
- 1——未知物；
 - 2——未知物；
 - 3——未知物；
 - 4——1-萘胺-4-磺酸钠；
 - 5——未知物；
 - 6——未知物；
 - 7——未知物；
 - 8——1-萘胺。

图 1 1-萘胺-4-磺酸钠的纯度测定液相色谱图

5.5 水不溶物的质量分数测定

按 GB/T 2381 的规定进行。称取样品 3 g~5 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。

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

1-萘胺-4-磺酸钠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 1-萘胺-4-磺酸钠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要求，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，则整批产品判定为不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志和标签

7.1.1 标志

1-萘胺-4-磺酸钠的每个包装容器上都应涂印耐久、清晰的标志。

HG/T 3387—2016

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；
- e) 净含量。

7.1.2 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。

7.2 包装

1-萘胺-4-磺酸钠用内衬塑料袋的编织袋包装，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。

7.3 运输

1-萘胺-4-磺酸钠产品在运输过程中应避免曝晒、碰撞和雨淋。

7.4 贮存

1-萘胺-4-磺酸钠应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内，防止受热、受潮，远离火源。
