

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10

G 56

备案号: 21364—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3956—2007

2-萘胺-3,6,8-三磺酸 (氨基 K 酸)

2-Naphthylamine-3,6,8-trisulfonic acid
(Amino K-acid)

2007-07-20 发布

2008-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准根据我国国情,结合各生产企业的实际情况制订而成。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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:湖北鑫慧化工有限公司、浙江海晨化工有限公司、沈阳化工研究院。

本标准主要起草人:陈烈权、季浩、张七男、张霞、杨杰民。

本标准为首次发布。

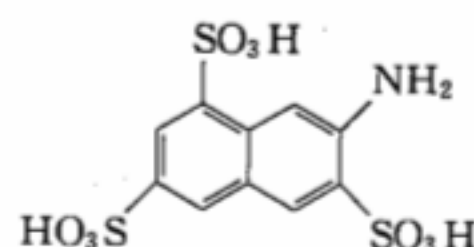
2-萘胺-3,6,8-三磺酸(氨基 K 酸)

1 范围

本标准规定了 2-萘胺-3,6,8-三磺酸产品的要求、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 2-萘胺-3,6,8-三磺酸产品质量检验,该产品主要用于染料工业中。

结构式:



分子式: $C_{10}H_9NO_9S_3$

相对分子质量: 383.38(按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

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 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

2-萘胺-3,6,8-三磺酸的质量应符合表 1 的规定。

表 1 2-萘胺-3,6,8-三磺酸的质量要求

项 目	指 标
1. 外观	淡黄色粉末
2. 2-萘胺-3,6,8-三磺酸含量(总氨基值)/%	≥ 71.0
3. 2-萘胺-6,8-二磺酸(氨基 G 酸)含量(HPLC)/%	≤ 0.20
4. 水不溶物含量(质量分数)/%	≤ 0.10

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 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、取样日期、地点。一个供检验,一个保存备查。

5 试验方法

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。

5.1 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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中的 5.2 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 2-萘胺-3,6,8-三磺酸含量的测定

5.3.1 方法提要

采用重氮化法。利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸的存在下和亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

5.3.2 试剂和材料

a) 溴化钾。

b) 盐酸溶液:1+1。

c) 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-碘化钾试纸判定终点。

d) 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 分析步骤

称取 10 g 膏状 2-萘胺-3,6,8-三磺酸样品(精确至 0.000 2 g)加水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中稀释至刻度,混合均匀。用移液管吸取 50 mL 样品溶液,置于 500 mL 烧杯中,加水 250 mL,盐酸溶液 20 mL,溴化钾 1 g,用冰盐水降温,待此溶液温度降至 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,在不停搅拌下以亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定。滴定时应将滴定管尖端插入溶液内,当滴定将近终点时,提高滴定管使之与液面离开,再慢慢地逐滴加入亚硝酸钠标准滴定溶液,用碘化钾淀粉试纸试验,当用玻璃棒蘸取一滴试液于淀粉-碘化钾试纸上,呈现蓝色润圈,3min 后用同样方法试验,仍呈现蓝色润圈时即为终点。

在相同条件下做一空白试验。

5.3.4 分析结果的表示与计算

2-萘胺-3,6,8-三磺酸含量以总氨基值 w_1 计,数值以(%)表示的,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{cM(V-V_0)/1\,000}{m \times 50/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——2-萘胺-3,6,8-三磺酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_9\text{S}_3)=383.38$];

V ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量数值,单位为克(g)。

5.3.5 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.5 %,取其算术平均值作为测定结果。

5.4 2-萘胺-6,8-二磺酸含量的测定

5.4.1 原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇和四丁基溴化铵水溶液为流动相,分离 2-萘胺-3,6,8-

三磺酸及其有机杂质组分,经紫外(240 nm)检测,用峰面积归一化法测定有机杂质的含量。

5.4.2 仪器设备

- a) 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紫外分光检测器。
- b) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 ODS C₁₈、粒径 5 μm 。
- c) 数据处理机:满量程 1mV~5mV 记录器或色谱工作站。
- d) 超声波发生器。
- e) 定量环:5 μL 。

5.4.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯。
- b) 四丁基溴化铵水溶液:1 g/L。

5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相体积配比:甲醇+四丁基溴化铵水溶液=30+70。
- b) 波长:240 nm。
- c) 流量:1.0 mL/min。
- d) 柱温:室温。
- e) 进样量:5 μL 。

可根据装置不同,气候条件不同,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。

5.4.5 分析步骤

称取 2-萘胺-3,6,8-三磺酸试样约 0.1 g(精确至 0.001 g)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。待仪器运行稳定后,用微量注射器吸取试样溶液注入并充满进样阀,待最后一个组分流完(见色谱图 1),进行结果处理。

5.4.6 分析结果的表示与计算

2-萘胺-6,8-二磺酸的含量以 w_2 计,数值以(%)表示,按式(2)计算

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

式中:

A——2-萘胺-6,8-二磺酸的峰面积数值,单位为毫伏·秒(mV·s);

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和,单位为毫伏·秒(mV·s)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.02%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4.8 色谱图

色谱图见图 1。

5.5 水不溶物含量的测定

按 GB/T 2381—2006 中的规定进行,称样量 20 g,加水量 100 mL。

6 检验规则

6.1 检验分类

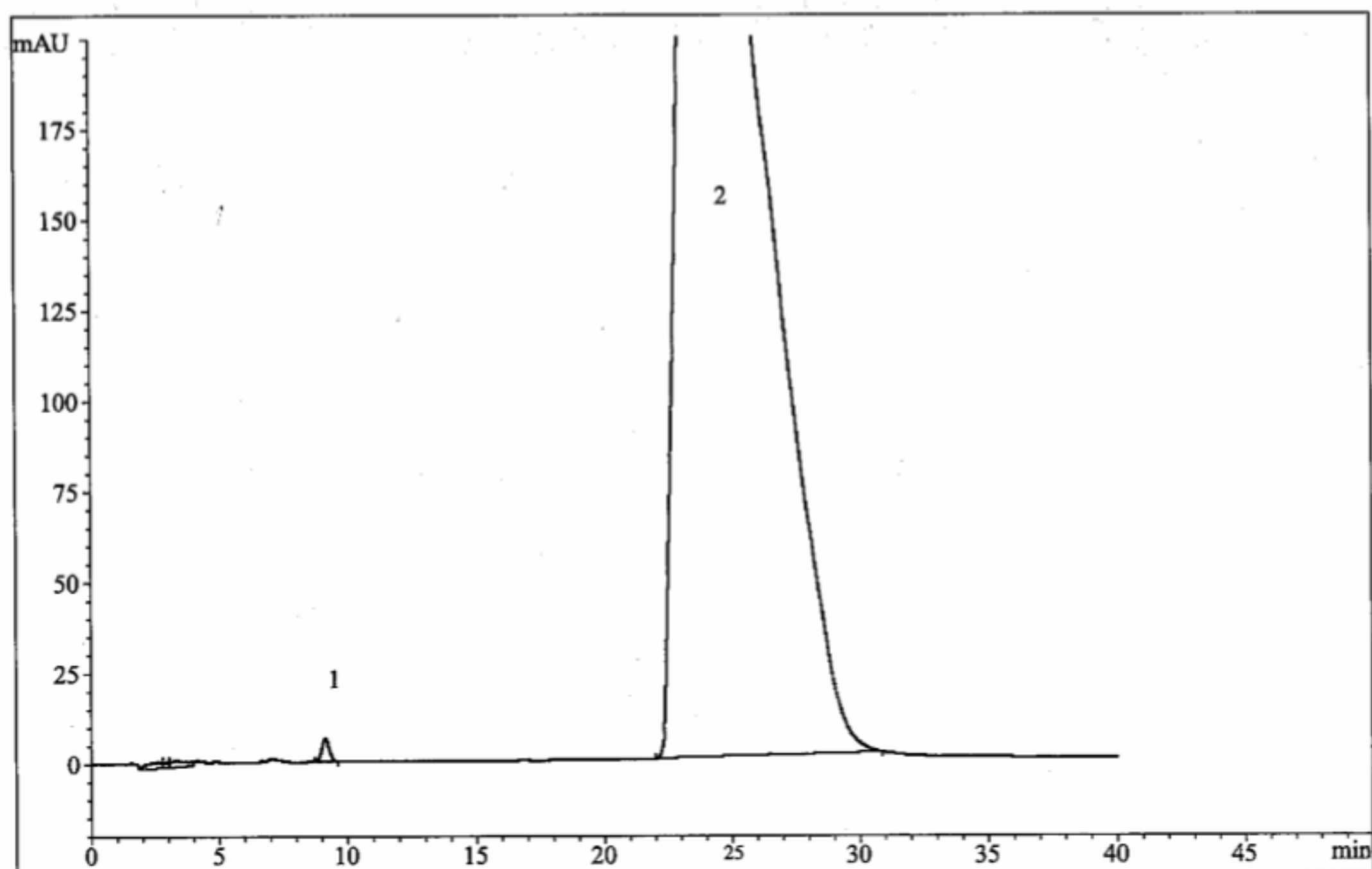
本标准第 3 章表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2-萘胺-3,6,8-三磺酸应由生产厂的质量检验部门按本标准要求进行检验,生产厂应保证所有出厂的 2-萘胺-3,6,8-三磺酸都符合本标准的要求。

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,则整批产品不能验收。



- 1——2-萘胺-6,8-二磺酸;
2——2-萘胺-3,6,8-三磺酸。

图1 2-萘胺-3,6,8-三磺酸的色谱图

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

2-萘胺-3,6,8-三磺酸的每个包装容器上都应涂上牢固、清晰的标志,注明:产品名称、规格和等级、注册商标、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上,并和产品质量检验合格的证明一起放入包装容器内的塑料袋外面。

7.2 包装

2-萘胺-3,6,8-三磺酸装于内衬塑料袋的铁桶或塑料编织袋中。潮品每个包装净含量 50 kg,干品每个包装净含量 25 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时防止曝晒、雨淋。搬运中需小心轻放,不可与皮肤接触,防止吸入人体内。

7.4 贮存

2-萘胺-3,6,8-三磺酸应贮存于通风干燥处,防止受热、受潮和破损。