

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 56

备案号: 54418—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3956—2016

代替 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)

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 3956—2007《2-萘胺-3,6,8-三磺酸（氨基 K 酸）》。与 HG/T 3956—2007 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN（见 1）；
- 修改了外观的指标要求（见 3，2007 年版的 3）；
- 修改了外观的评定方法（见 5.2，2007 年版的 5.2）；
- 修改了 2-萘胺-6,8-二磺酸（氨基 G 酸）含量测定方法中液相色谱柱温条件（见 5.4.4，2007 年版的 5.4.4）；
- 修改了产品的包装规定（见 7.2，2007 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：湖北鑫慧化工有限公司、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：范明华、吕双、陈松柏、沈日炯、聂继美。

本标准于 2007 年 7 月首次发布，本次为第一次修订。

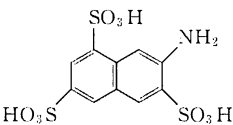
2-萘胺-3,6,8-三磺酸（氨基 K 酸）

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-3,6,8-三磺酸的产品质量控制。

结构式：



分子式：C₁₀H₉NO₃S₃

相对分子质量：383.38（按 2013 年国际相对原子质量）

CAS RN：118-03-6

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

2-萘胺-3,6,8-三磺酸的质量应符合表 1 的要求。

表 1 2-萘胺-3,6,8-三磺酸的质量要求

项 目	指 标	标准章条号
外观	灰白至淡黄色粉末或块状， 贮存时允许颜色变深	5.2
2-萘胺-3,6,8-三磺酸的质量分数/%	≥71.0	5.3
2-萘胺-6,8-二磺酸(氨基 G 酸)含量/%	≤0.20	5.4
水不溶物的质量分数/%	≤0.10	5.5

HG/T 3956—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，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 2-萘胺-3,6,8-三磺酸的质量分数的测定

5.3.1 方法提要

利用芳香族伯胺在低温及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 试剂和溶剂

5.3.2.1 盐酸溶液：盐酸与水的体积比=1:1。

5.3.2.2 溴化钾。

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

5.3.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 分析步骤

称取 10 g 样品（精确至 0.0001 g），加水溶解后，移入 500 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混合均匀。用移液管吸取 50 mL 样品溶液，置于 500 mL 烧杯中，加 250 mL 水、20 mL 盐酸溶液、1 g 溴化钾，用冰盐水降温，待此溶液温度降至 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$ 时，在搅拌下用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定。滴定时将滴定管尖端插入液面下，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。用淀粉-碘化钾试纸试验，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，3 min 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 结果计算

2-萘胺-3,6,8-三磺酸的质量分数以 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c[(V - V_0)/1000]M}{m \times 50/500} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V——试样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——2-萘胺-3,6,8-三磺酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[M(C₁₀H₉NO₉S₃) = 383.38]。

计算结果保留到小数点后 1 位。

5.3.5 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.3%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

5.4 2-萘胺-6,8-二磺酸（氨基 G 酸）含量的测定

5.4.1 原理

采用反相高效液相色谱法，在 C₁₈ 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，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法测定有机杂质的含量。

5.4.2 仪器设备

- 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紫外分光检测器。
- 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 ODS C₁₈，粒径 5 μm。
- 5.4.2.3 色谱工作站或数据积分仪。
- 5.4.2.4 超声波发生器。
- 5.4.2.5 微量注射器或自动进样器。

5.4.3 试剂和溶液

- 5.4.3.1 甲醇：色谱纯。
- 5.4.3.2 四丁基溴化铵水溶液：1 g/L。

5.4.4 色谱操作条件

- 5.4.4.1 流动相体积配比：甲醇与四丁基溴化铵水溶液体积比为 30：70。
- 5.4.4.2 波长：240 nm。
- 5.4.4.3 流量：1.0 mL/min。
- 5.4.4.4 柱温：40℃。
- 5.4.4.5 进样量：5 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。

5.4.5 分析步骤

称取约 0.1 g 2-萘胺-3,6,8-三磺酸试样于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。待仪器运行稳定后，吸取试样溶液注入进样器，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

HG/T 3956—2016

果处理。

5.4.6 结果计算

2-萘胺-6,8-二磺酸含量以 w_2 计, 按公式 (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;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积之和。

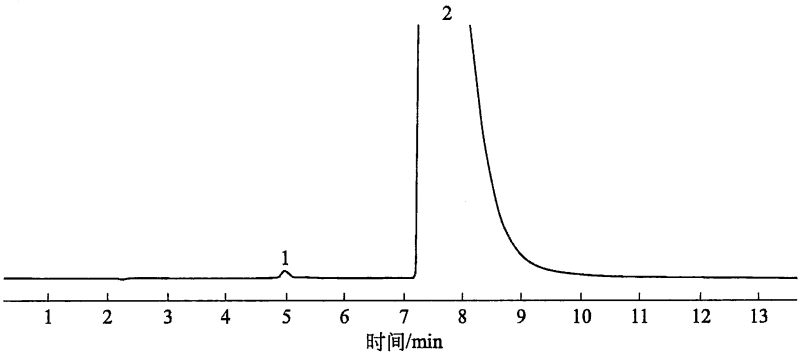
计算结果保留到小数点后 2 位。如结果小于 0.01 %, 则保留 1 位有效数字。

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。



说明:

1——2-萘胺-6,8-二磺酸;

2——2-萘胺-3,6,8-三磺酸。

图 1 2-萘胺-3,6,8-三磺酸液相色谱图

5.5 水不溶物的质量分数的测定

按 GB/T 2381 的规定进行。

称样量 20 g, 加水量 100 mL。

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

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的要求进行检验, 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

2-萘胺-3,6,8-三磺酸的每个包装容器上都应按有关规定涂印耐久、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。

7.1.2 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。

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。每个包装净含量 $25\text{kg} \pm 0.2\text{kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

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。
