

ICS 71.080.30; 71.100.99

G 17

备案号：65320~65322—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5385~5387—2018

工业用 L-天门冬氨酸钠、
工业用 L-天门冬氨酸锰和工业用
2-(2-氨基乙氧基)乙醇 (二甘醇胺)
(2018)

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

目 录

HG/T 5385—2018	工业用 L-天门冬氨酸钠	(1)
HG/T 5386—2018	工业用 L-天门冬氨酸锰	(13)
HG/T 5387—2018	工业用 2-(2-氨基乙氧基)乙醇(二甘醇胺)	(25)

ICS 71. 100. 99
G 17
备案号：65320—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5385—2018

工业用 L-天门冬氨酸钠

Sodium L-aspartate for industrial use

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。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准起草单位：安徽国科检测科技有限公司、淮北新旗氨基酸有限公司、合肥国肽生物科技有限公司、安徽省质量和标准化研究院、合肥工业大学、安徽双赢再生资源集团有限公司、淮北新兴实业有限责任公司、安徽科标检验检测科技有限公司。

本标准主要起草人：黄崑成、邵栋梁、牛锋、吴倩、曹静、张旭光、孟科、张广峰、李洋、姜青松、张瑞芳、吴艳艳、曹文文。

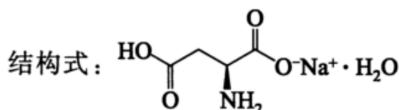
工业用 L-天门冬氨酸钠

1 范围

本标准规定了工业用 L-天门冬氨酸钠的要求、试验方法、检验规则以及标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于 L-天门冬氨酸和碳酸钠为主要原料化学合成的工业用 L-天门冬氨酸钠。

分子式: $C_4H_6NO_4Na \cdot H_2O$



相对分子质量: 173.10 (按 2016 年国际相对原子质量)

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 610 化学试剂 砷测定通用方法
- GB/T 613 化学试剂 比旋光本领（比旋光度）测定通用方法
- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7532 有机化工产品中重金属的测定 目视比色法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法
- GB/T 16631 高效液相色谱法通则

3 要求

3.1 外观: 无色至白色的粒状结晶或结晶状粉末。

3.2 工业用 L-天门冬氨酸钠的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
钠(以 Na 计)含量, w/%	13.0~15.0
L-天门冬氨酸含量, w/%	≥74.0
比旋光度 α_m (20 °C, D) / [(°) · m ² /kg]	+18.0~+20.0
干燥减量, w/%	≤0.5
pH (100 g/L 水溶液)	6.0~7.5
氯化物(以 Cl 计)/%	≤0.1
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤10
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤1

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.2 一般规定

4.2.1 试验方法中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2.2 试验方法中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.3 外观的测定

取适量样品，置于清洁、干燥的白色瓷盘中，在自然光线下目测观察。

4.4 钠含量的测定

4.4.1 火焰原子吸收光谱法(仲裁法)

4.4.1.1 方法提要

试样经消解处理后，注入原子吸收光谱仪中，以 589.0 nm 波长测定吸光度值。在一定浓度范围内，其吸光度值与钠含量成正比，试样吸光度值与标准曲线比较定量。

4.4.1.2 仪器和设备

原子吸收光谱仪：符合 GB/T 9723 中“仪器”的规定。

4.4.1.3 试剂和材料

4.4.1.3.1 水：GB/T 6682 规定的二级水。

4.4.1.3.2 硝酸：优级纯。

4.4.1.3.3 氯化铯：优级纯。

4.4.1.3.4 钠标准样品：质量浓度 1 000 mg/L。

4.4.1.3.5 钠标准工作液。

准确吸取 5.00 mL 钠标准样品于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，贮存于聚乙烯瓶中，此为钠标准储备液 (100 mg/L)，于 4 °C 保存。

再准确吸取 0.00 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 钠标准储备液于 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 氯化铯溶液 (50 g/L)，用水定容至刻度，混匀。此标准系列工作液中钠的质量浓度分别为 0 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、1.50 mg/L、2.00 mg/L。

4.4.1.4 分析步骤

称取 1 g (精确至 0.000 1 g) 试样，加入 10.0 mL 硝酸，加盖放置 1 h，然后置于可调式控温电热板或电热炉上于 120 °C 消解，直至冒白烟，消化液呈澄清透明或略带微黄色，冷却后，试液用水定容至 50.0 mL，再取 1.00 mL 稀释液加入 50 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化铯溶液 (50 g/L)，定容至 50.0 mL (V)。

分别将钠标准系列工作液注入原子吸收光谱仪中，以 589.0 nm 波长测定吸光度值，以标准工作液的浓度为横坐标、吸光度值为纵坐标绘制标准曲线。于测定标准系列工作液相同的实验条件下，将空白溶液和测定液分别注入原子吸收光谱仪中，测定钠的吸光度值，根据标准曲线得到待测液中钠的质量浓度 (c_1 和 c_0)。根据公式计算。

4.4.1.5 结果计算

工业用 L-天门冬氨酸钠中钠含量的质量分数 w_1 ，数值以%表示，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{(c_1 - c_0)Vf}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots \quad (1)$$

式中：

w_1 ——钠含量，以%表示；

c_1 ——测定样液中钠的质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

c_0 ——测定空白液中钠的质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

V——样液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

f——稀释倍数 ($f=2\ 500$)；

m——称取试样的质量的数值，单位为克 (g)；

1 000——单位换算系数。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10 %。

4.4.2 滴定法

4.4.2.1 方法提要

在水溶液中，钠离子与醋酸铀酰锌反应生成醋酸铀酰锌钠的沉淀，过滤、洗涤后，用盐酸溶解，以二甲酚橙为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液滴定至终点，根据 EDTA 标准滴定溶液的消耗量计算得到工业用 L-天门冬氨酸钠中钠含量。

4.4.2.2 试剂和溶液

4.4.2.2.1 醋酸铀酰锌溶液：0.5 mol/L。

4.4.2.2.2 二甲酚橙指示剂：5 g/L。

4.4.2.2.3 EDTA 标准滴定溶液：0.05 mol/L。

4.4.2.2.4 盐酸溶液：1.0 mol/L。

4.4.2.2.5 醋酸-醋酸钠缓冲溶液: 1 : 1。

4.4.2.3 分析步骤

将试样置于烘箱中，于 102 ℃烘 3 h，冷却后称取 0.2 g（精确至 0.000 1 g）试样，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水、5 mL 醋酸铀酰锌溶液、1 mL 乙醇，静置，过滤，洗涤，用盐酸溶液溶解，用醋酸-醋酸钠缓冲溶液调节 pH 至 5~6，滴加 3 滴二甲酚橙指示剂，摇匀，用 EDTA 标准滴定溶液滴定至亮黄色，30 s 不褪色即为终点，记录消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积。同时做空白试验。

4.4.2.4 结果计算

工业用 L-天门冬氨酸钠中钠含量的质量分数 w_2 ，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{c(V - V_0)M}{1,000m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

w_2 —钠含量, 以%表示;

c—EDTA 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 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

M——钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（M=22.99）；

1 000——单位换算系数；

m——称取试样的质量的数值，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

4.5 L-天门冬氨酸含量的测定

4.5.1 高效液相色谱法（仲裁法）

4.5.1.1 方法提要

试样经试验用水溶解后定容，用高效液相色谱法测定，以外标法定量。

4.5.1.2 仪器和设备

高效液相色谱仪（紫外检测器或二极管阵列检测器）：符合 GB/T 16631 中“仪器”的规定；色谱柱为 ZORBAX NH₂ 色谱柱（4.6 mm×250 mm, 5 μm）或柱效相当者。

4.5.1.3 试剂和材料

4. 5. 1. 3. 1 乙酸铵：分析纯。

4.5.1.3.2 甲醇：色谱纯。

4.5.1.3.3 L-天门冬氨酸标准样品 (CAS号: 56-84-8): ≥99%。

4.5.1.3.4 L-天门冬氨酸标准工作液。

准确称取 0.5 g (精确至 0.000 1 g) 标准样品于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 贮存于棕色瓶中, 此为 L-天门冬氨酸标准储备液 (5.0 mg/mL), 于 4 ℃保存。

再准确吸取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL L-天门冬氨酸标准储备液于 10 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 混匀。此标准系列工作液中 L-天门冬氨酸的质量浓度分别为 0 mg/mL、0.5 mg/mL、1.0 mg/mL、1.5 mg/mL、2.0 mg/mL。

4.5.1.4 仪器条件

4.5.1.4.1 流动相: 0.02 mol/L 乙酸铵溶液 + 甲醇 = 90 + 10 (体积比)。

4.5.1.4.2 流速: 1.0 mL/min。

4.5.1.4.3 进样量: 10 μL。

4.5.1.4.4 检测波长: 210.0 nm。

4.5.1.4.5 柱温: 30 ℃。

4.5.1.5 测定步骤

称取 0.15 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 加入 40 mL 水, 超声使其溶解, 转移至 100 mL (V) 容量瓶中, 定容至刻度。取 2 mL 样液, 用 0.45 μm 微孔滤膜过滤, 待分析。

将 L-天门冬氨酸标准系列工作液注入液相色谱仪中, 确定保留时间和峰面积。在测定标准系列工作液相同的实验条件下, 将样品溶液注入色谱仪中, 测定样品溶液的峰面积, 对照标准工作液的峰面积和浓度得到待测液中 L-天门冬氨酸的质量浓度 (*c*)。根据公式计算。

4.5.1.6 结果计算

工业用 L-天门冬氨酸钠中 L-天门冬氨酸含量的质量分数 w_3 , 数值以%表示, 按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{cV}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots \quad (3)$$

式中:

w_3 —— L-天门冬氨酸含量, 以%表示;

c —— 测定样液中 L-天门冬氨酸的质量浓度的数值, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V —— 样液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

m —— 称取试样的质量的数值, 单位为克 (g);

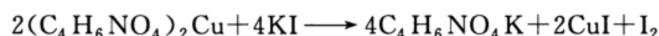
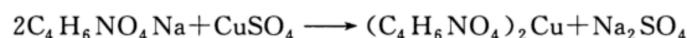
1 000 —— 单位换算系数。

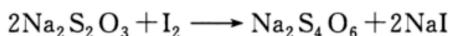
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10 %。

4.5.2 滴定法

4.5.2.1 方法提要

天门冬氨酸钠与过量硫酸铜反应, 生成可溶的天门冬氨酸铜, 使其与碘化钾反应, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 根据硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗量计算 L-天门冬氨酸含量。反应方程式如下:





4.5.2.2 试剂和溶液

4.5.2.2.1 硫酸铜溶液: 0.1 mol/L。

4.5.2.2.2 氢氧化钠溶液: 0.1 mol/L, 1 mol/L。

4. 5. 2. 2. 3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: 0. 02 mol/L (0. 1 mol/L 标液稀释 5 倍)。

4.5.2.2.4 硼酸-氯化钾缓冲溶液。

称取 3.09 g 硼酸，加入 500 mL 0.1 mol/L 氯化钾溶液，再加入 210 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液。

4.5.2.2.5 淀粉指示液：1 g/L。

4.5.2.2.6 酚酞指示液：5 g/L。

4.5.2.3 分析步骤

称取适量试样（约相当于 100 mg 天门冬氨酸），精确至 0.000 1 g。加水溶解，定容至 50.0 mL 体积。将试样溶液置于 150 mL 锥形瓶中，加入 5 mL 硫酸铜溶液、2 滴酚酞指示液，用 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节至溶液显蓝紫色。加入 30 mL 硼酸-氯化钾缓冲溶液，摇匀，静置 1 h。过滤，用 30 mL 硼酸-氯化钾缓冲溶液洗涤滤器及沉淀，合并洗液。加入 1.5 mL 冰乙酸及 7.0 g 碘化钾，振摇溶解。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，近终点时加入 2 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失。同时做空白试验。

4.5.2.4 结果计算

L-天门冬氨酸含量的质量分数 w_4 ，数值以%表示，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{c(V - V_0)M \times 2}{1,000m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

w_4 —L-天门冬氨酸含量, 以%表示;

c——硫代硫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—试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

M ——L-天门冬氨酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=133.1$ ）；

1 000——单位换算系数；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

4.6 比旋光度 α_m (20 °C, D) 的测定

称取 4 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 加入 40 mL 6 mol/L 盐酸溶液溶解, 以 6 mol/L 盐酸溶液定容至 50.0 mL, 按 GB/T 613 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3。

4.7 干燥减量的测定

按 GB/T 6284 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

4.8 pH (100 g/L 水溶液) 的测定

称取 5 g (精确至 0.000 1 g) 试样，用无二氧化碳的水溶解并定容至 50.0 mL，按 GB/T 9724 的规定进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

4.9 氯化物的测定

称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 试样，加入 25.0 mL 5 mol/L 硝酸溶液溶解。取 1.00 mL 试液和 1.00 mL 4.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 氯化物标准使用溶液，按 GB/T 9729 的规定进行测定。

4.10 重金属的测定

称取 1 g (精确至 0.000 1 g) 试样，加入 10.0 mL 硝酸，加盖放置 1 h，然后置于可调式控温电热板或电热炉上于 120 °C 消解，直至冒白烟，消化液呈澄清透明或略带微黄色，冷却后，试液用水定容至 50.0 mL。取 5.00 mL 试液和 1.00 mL 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铅标准使用溶液，按 GB/T 7532 的规定进行测定。

4.11 总砷的测定

称取 1 g (精确至 0.000 1 g) 试样，加入 10.0 mL 硝酸，加盖放置 1 h，然后置于可调式控温电热板或电热炉上于 120 °C 消解，直至冒白烟，消化液呈澄清透明或略带微黄色，冷却后，试液用水定容至 50.0 mL。取 10.00 mL 试液和 1.00 mL 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 砷标准使用溶液。按 GB/T 610 中 4.2.3 的分光光度计法进行测定。

5 检验规则

5.1 检验

本标准第 3 章中规定的所有项目均为型式检验项目，其中 L-天门冬氨酸含量、比旋光度、干燥减量、pH 和氯化物为出厂检验项目。

在正常生产情况下，每 3 个月应进行一次型式检验。

当出现以下情况时，应及时进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产后又恢复生产；
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- 发生重大质量事故时；
- 合同规定；
- 质量监督机构依法提出要求时。

5.2 组批规则

工业用 L-天门冬氨酸钠以同等质量的均匀产品为一批，可按产品贮罐组批，或按生产周期组批。

5.3 采样

按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定采样。以批为单位采样，采样量不少于 500 g。分装于两个清

洁、干燥的广口瓶中，密封，贴上标签，标签上注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期及采样人姓名。一份由检验部门检验，另一份密封保存备查。

5.4 结果判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。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单元中采样进行复检。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

6.1.1 工业用 L-天门冬氨酸钠产品外包装上应有清晰、牢固的标识，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 本标准编号；
- c) 生产厂名称；
- d) 厂址；
- e) 批号和生产日期；
- f) 净含量；
- g) 按照 GB/T 191 的规定标明“怕晒”“怕雨”等标志。

6.1.2 生产厂应保证每一批出厂的产品都符合本标准的要求，并附有一定格式的质量合格证明书，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 本标准编号；
- c) 生产厂名称；
- d) 批号和生产日期；
- e) 净含量。

6.2 包装

工业用 L-天门冬氨酸钠应用清洁、干燥的塑料袋密封，再装入符合要求的纸板桶中，每袋净含量 25 kg，也可根据用户要求采取其他包装方式。

6.3 运输

工业用 L-天门冬氨酸钠可采用一般运输工具运输，运输工具应清洁、卫生，不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品混装运输。

6.4 贮存

6.4.1 工业用 L-天门冬氨酸钠应贮存于阴凉、通风的仓库内，远离火种、热源，防止阳光直射。

6.4.2 工业用 L-天门冬氨酸钠不应与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品同库贮存。

中华人民共和国

化工行业标准

工业用 L-天门冬氨酸钠、
工业用 L-天门冬氨酸锰和工业用
2-(2-氨基乙氧基)乙醇(二甘醇胺)
(2018)

HG/T 5385~5387—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 2 1/4 字数 62.4 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 2536

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：42.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

