

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:38662—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2895—2012

代替 HG/T 2895—2005

溴氨酸钠盐(1-氨基-4-溴蒽醌-2-磺酸钠)

Bromaminic acid, sodium salt

(1-Amino-4-bromoanthraquinone-2-sulfonic acid, sodium salt)

2012-12-28 发布

2013-06-01 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 2895—2005《溴氨酸钠盐(1-氨基-4-溴蒽醌-2-磺酸钠)》，与 HG/T 2895—2005相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 增加了 1-氨基-4-氯蒽醌-2-磺酸含量指标测定方法(见 3、5.3)。

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：台州市前进化工有限公司、昌邑永宁化工厂、台州市东风化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：蒲爱军、孙扬、金志伟、陈国海、陈日刚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2895—1982、HG/T 2895—1992、HG/T 2895—2000、HG/T 2895—2005。

溴氨酸钠盐(1-氨基-4-溴蒽醌-2-磺酸钠)

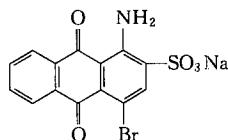
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了溴氨酸钠盐(1-氨基-4-溴蒽醌-2-磺酸钠)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。

本标准适用于溴氨酸钠盐的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_{14}H_7BrNNaO_5S$

相对分子质量：404.17(按2009年国际相对原子质量)

CAS RN：6258-06-6

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，仅所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 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 2386—2006 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

溴氨酸钠盐的质量要求应符合表1的规定。

表1 溴氨酸钠盐的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	优等品	合格品	
(1)外观	红色或橘红色结晶颗粒或粉末		5.2
(2)溴氨酸钠盐的质量分数(HPLC)/%	≥ 96.00	≥ 90.00	5.3
(3)1-氨基蒽醌-2-磺酸含量(HPLC)/%	≤ 0.10	≤ 0.30	5.3
(4)1-氨基蒽醌的含量(HPLC)/%	≤ 0.10	≤ 0.30	5.3
(5)1-氨基-2,4-二溴蒽醌的含量(HPLC)/%	≤ 0.10	≤ 0.40	5.3
(6)1-氨基-4-溴蒽醌的含量(HPLC)/%	≤ 0.20	≤ 0.50	5.3
(7)1-氨基-4-氯蒽醌-2-磺酸的含量(HPLC)/%	≤ 0.15	≤ 0.30	5.3
(8)水不溶物的质量分数/%	≤ 0.10	≤ 0.50	5.4
(9)水分的质量分数/%	≤ 3.00	≤ 4.00	5.5

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,一个保存备查。

5 试验方法

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—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 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 溴氨酸钠盐及有机杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

采用高效反相离子对色谱法,在 C₁₈柱上,以甲醇、水和十六烷基三甲基溴化铵离子对试剂为流动相,分离溴氨酸钠盐及各有机杂质组分,经紫外检测器检测,用峰面积外标法测定溴氨酸钠盐含量,用峰面积归一化法测定有机杂质的含量。

5.3.2 试剂和材料

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 十六烷基三甲基溴化铵;
- c) 溴氨酸钠盐标准品;
- d) 十六烷基三甲基溴化铵的甲醇溶液:0.5 g/L;
- e) 移液管:5 mL。

5.3.3 仪器设备

- a) 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%;
- b) 检测器:254 nm 单波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器;
- c) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相 5 μm ODS C₁₈;
- d) 色谱工作站或积分仪;
- e) 注射器:2.5 mL;
- f) 定量环:20 μL;
- g) 超声波发生器。

5.3.4 色谱分析条件

- a) 流动相:十六烷基三甲基溴化铵甲醇溶液与水的体积比=75:25;
- b) 波长:254 nm;
- c) 流量:0.8 mL/min;
- d) 柱温:室温。

可根据仪器和色谱柱的不同,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。

5.3.5 标准溶液的制备

称取约 0.10 g(精确至 0.000 1 g)经(150 °C±5 °C)干燥至恒量的溴氨酸钠盐标准品于 100 mL 容量瓶中,用水溶解稀释至刻度,盖紧瓶塞,置于超声波发生器中振荡、充分溶解,为标准溶液 A。用移液

管吸取 5 mL 标准溶液 A 于 25 mL 的容量瓶中,用甲醇稀释至刻度为标准溶液 A',盖紧瓶塞,置于超声波发生器中振荡脱气后备用(此标准溶液保存期为一周)。

5.3.6 样品溶液的制备

称取约 0.1 g(精确至 0.000 1 g)试样于 100 mL 容量瓶中, 用水溶解稀释至刻度, 盖紧瓶塞, 置于超声波发生器中振荡、充分溶解, 为样品溶液 B。用移液管吸取 5 mL 样品溶液 B 于 25 mL 的容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度为样品溶液 B', 盖紧瓶塞, 置于超声波发生器中振荡脱气后备用。

5.3.7 测定步骤

待仪器运行稳定后,分别吸取标准溶液 A' 和样品溶液 B' 分别注入 20 μL 定量环中,待组分流出完毕,用色谱工作站或积分仪进行结果处理(见色谱示意图 1)。

5.3.8 结果计算

溴氨酸钠盐含量以质量分数 w_1 计, 数值用%表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_1 m_s w_s}{A_s m_1} \dots \dots \dots \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

A_1 ——试样溶液中溴氨酸钠盐的峰面积数值；

m_s ——标样的质量数值,单位为克(g);

w_s ——标样溴氨酸钠盐的质量分数,以%表示;

A_s ——标样溶液中溴氨酸钠盐的峰面积数值；

m_1 ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

溴氨酸钠盐中各有机杂质含量以 w_i 计, 数值用%表示, 按式(2)计算:

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

式中：

A_i —试样溶液中各有机杂质的峰面积数值；

ΣA_i —试样溶液中溴氨酸钠盐及各有机杂质的峰面积数值之和。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.9 允许差

溴氨酸钠盐含量平行测定结果之差应不大于 0.80 % (质量分数), 其他有机杂质平行测定结果之差应不大于 0.10 %, 取其算术平均值作为测定结果。

5.3.10 色谱示意图

色谱示意图见图 1。

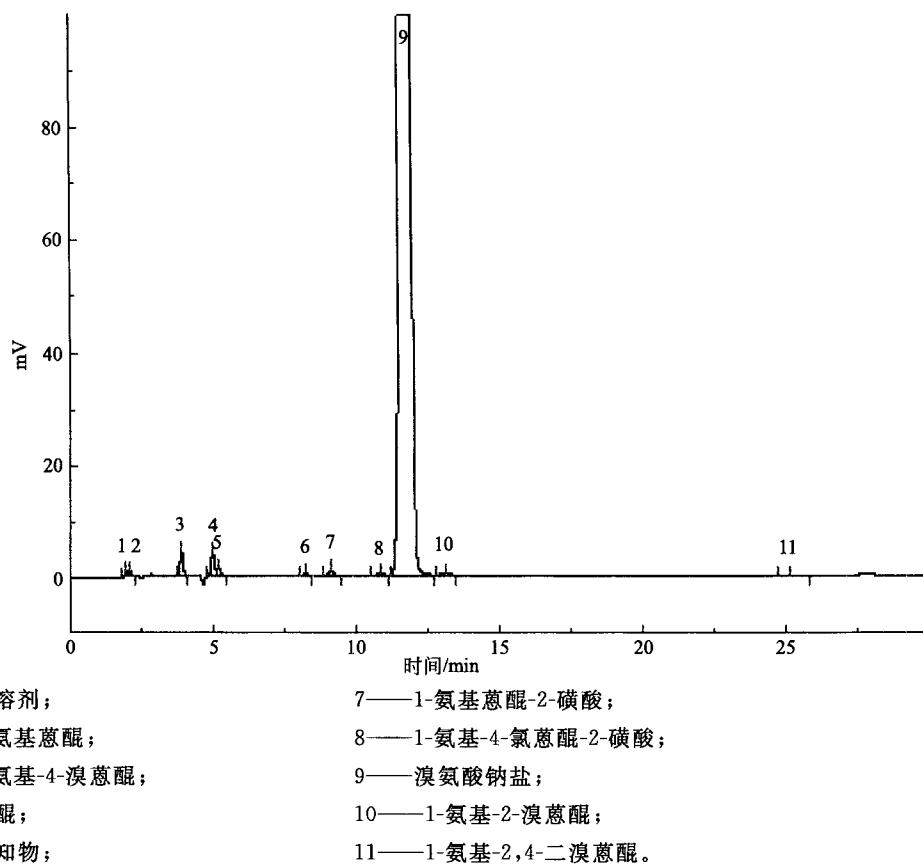


图 1 溴氨酸钠盐色谱示意图

5.4 水不溶物的测定

按 GB/T 2381—2006 规定的方法进行。称样量 1 g~3 g(精确至 0.000 1 g), G₃ 玻璃坩埚式过滤器在 100 °C~105 °C 烘箱中烘 2 h 后称量。

水不溶物平行测定结果之差应不大于 0.10 % (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

5.5 水分的测定

按 GB/T 2386—2003 中烘干法的规定进行, 称样量 1 g~2 g(精确至 0.000 1 g), 烘干温度为 150 °C ± 5 °C。

水分平行测定结果之差应不大于 0.20 % (质量分数), 取其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 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

溴氨酸钠盐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溴氨酸钠盐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, 则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志

溴氨酸钠盐的每个包装容器上都应涂印耐久、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、批号和等级;
- d) 生产许可证编号和标志;
- e) 净含量。

7.2 标签

溴氨酸钠盐产品应有标签,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

溴氨酸钠盐用内衬塑料袋(塑料袋应扎口)的铁桶或编织袋包装。每桶(袋)净含量 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$ 或 $50\text{ kg}\pm 0.50\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

溴氨酸钠盐的运输过程中应防雨、防晒、防止碰破和压坏包装,避免产品直接暴露于空气中,防止变质。

7.5 贮存

溴氨酸钠盐应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。

中华人民共和国
化工行业标准
溴氨酸钠盐(1-氨基-4-溴蒽醌-2-磺酸钠)
HG/T 2895—2012
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)
化学工业出版社印刷厂
880mm×1230mm 1/16 印张½ 字数11千字
2013年4月北京第1版第1次印刷
书号：155025·1489

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：10.00元

版权所有 违者必