

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4407—2012

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺(DASA)

4,4'-Diaminobenzenesulfonanilide(DASA)

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：河北永泰柯瑞特化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：房永法、季浩、马玉霄、雷明远。

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺(DASA)

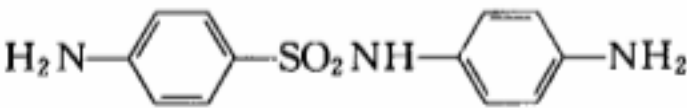
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺(DASA)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 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的产品质量检验。

结构式:



分子式:C₁₂H₁₀N₂O₂S

相对分子量:263.32(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN:16803-97-7

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 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

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	潮品	干品	
(1) 外观	棕红色至红白色膏状	灰白色至红白色粉状	5.2
(2) 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的含量/%	≥ 70.00	93.00	5.3
(3) 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的纯度(HPLC)/%	≥ 95.00	95.00	5.4
(4) 酸不溶物的质量分数/%	≤ 0.20	0.20	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,所采样品总量干品不少于 500 g,潮品采样量不少于 1 000 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 实验方法

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 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的含量的测定

5.3.1 测定原理

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在无机酸存在下,4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺与亚硝酸钠定量进行重氮化反应,测定其总氨基值。

5.3.2 试剂和溶液

- a) 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:1;
- b) 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;
- c) 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

称取干品试样 0.4 g~0.5 g 或潮品试样 0.6 g~0.8 g(精确至 0.001 g),置于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸溶液,溶解后,加水 200 mL,加入溴化钾 5 g,在 0℃~5℃条件下,以亚硝酸钠标准滴定溶液滴定并搅拌,滴定时将滴定管尖端插入液面下,临近终点时再把滴定管提出,继续滴定,直至试样溶液使淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色。5 min 后做同一试验,仍呈微蓝色即为终点。记下所消耗的亚硝酸钠溶液体积。

在相同条件下做一空白试验。

5.3.4 结果计算

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的总氨基值以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V_1 - V_0)(M/2)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为升(L);
- V_0 ——空白试验中消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为升(L);
- M ——4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_2\text{S})=263.32$];
- m ——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。

5.3.5 允许差

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的总氨基值平行测定结果之差应不大于 0.50%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺纯度的测定

5.4.1 方法原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇和缓冲盐水溶液为流动相,分离 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺及其有机杂质,经紫外检测器(264 nm)检测,用峰面积归一化法计算 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的纯度。

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±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;
- b) 色谱柱:长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C₁₈ ODS、5 μm;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 平头微量注射器:25 μL;
- e) 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 磷酸二氢钠;
- c) 磷酸;
- d) 缓冲溶液:磷酸二氢钠水溶液 1.0 g/L,用磷酸调 pH≈4;
- e) 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.4.4 色谱操作条件

- a) 流动相:甲醇与缓冲溶液的体积比=40 : 60;
- b) 波长:264 nm;
- c) 流量:1.0 mL/min;
- d) 进样量:20 μL;
- e) 柱温:常温。

可根据不同仪器设备,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 试样溶液的制备

称取试样约 0.1 g(精确至 0.1 mg)于 50 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度。移取 5 mL 至 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,于超声波发生器中振荡溶解备用。

5.4.6 测定步骤

待仪器运行稳定后,用微量注射器吸取试样溶液注入进样阀,待最后一个组分流完(色谱图见图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.7 色谱图

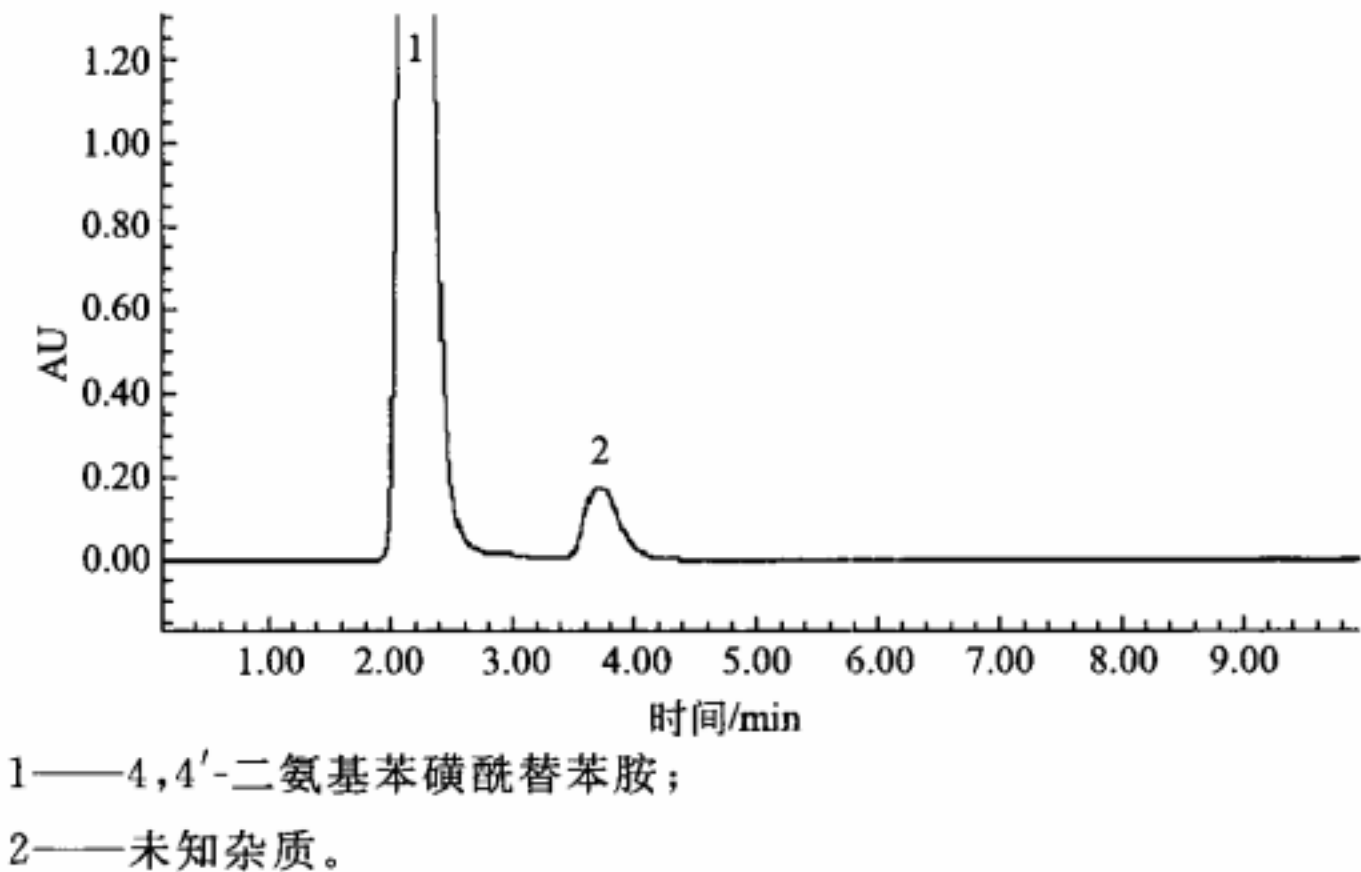


图 1 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺色谱示意图

5.4.8 结果计算

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺纯度以 w_2 计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

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

式中：

A ——4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺的峰面积数值；

$\sum A_i$ ——4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺试样中各组分的峰面积数值之和。

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.9 允许差

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺纯度平行测定结果之差应不大于 0.50 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 酸不溶物的测定

5.5.1 试剂和材料

- a) 盐酸溶液：盐酸与水的体积比=1：1；
- b) G3 漏斗。

5.5.2 测定步骤

称取试样 10 g(精确至 0.000 1 g)，溶于 200 mL 75 °C ~ 80 °C 的水中，搅拌 10 min，加盐酸溶液 70 mL，加 75 °C ~ 80 °C 的水至 500 mL，再搅拌 10 min，保持 75 °C ~ 80 °C 用预热的 G3 漏斗抽滤。用 80 °C ~ 90 °C 的水 200 mL 洗涤两次。

其余步骤按 GB/T 2381—2006 中的规定进行。

5.5.3 允许差

平行测定结果之差不大于 0.03 % (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

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺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 4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺均符合本标准的要求。

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、运输和贮存

7.1 标志

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺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；
- d) 生产许可证编号和标志(如使用)；
- e) 净含量。

7.2 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。

7.3 包装

4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺用内衬塑料袋的编织袋包装，每袋净含量 25 kg ± 0.2 kg 或 20 kg ± 0.2 kg。

7.4 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋。

7.5 贮存

贮存时应远离火源,放置阴凉、干燥、通风处。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
4,4'-二氨基苯磺酰替苯胺(DASA)
HG/T 4407—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 1/2 字数 11 千字
2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷
书号:155025·1434

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 违者必究