

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4409—2012

PP 酸(4,4'-二氨基-二苯胺-2-磺酸)

PP acid(4,4'-Diaminodiphenylamine-2-sulfonic acid)

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：阎龙、房永法、马玉霄、雷明远。

PP 酸(4,4'-二氨基-二苯胺-2-磺酸)

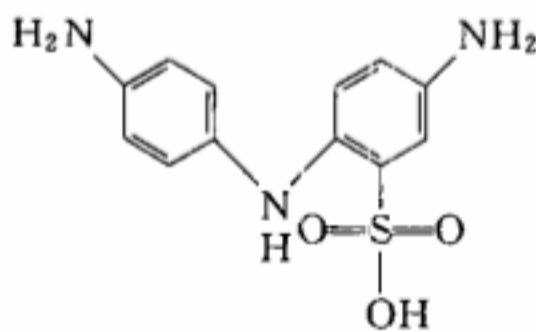
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 PP 酸(4,4'-二氨基-二苯胺-2-磺酸)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 PP 酸产品的质量控制。

结构式:



分子式: $C_{12}H_{13}N_3O_3S$

相对分子质量: 279.31(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 119-70-0

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

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

PP 酸的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 PP 酸的质量要求

项 目	指 标	试验方法
(1) 外观	紫色至黑褐色粉末	5.2
(2) PP 酸的质量分数(总氨基值)/%	≥ 93.00	5.3
(3) PP 酸的纯度(HPLC)/%	≥ 96.00	5.4
(4) 碱不溶物的质量分数/%	≤ 0.50	5.5

4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中

7.6 的规定采样。所采产品的包装必须完好,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 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,另一个保存备查。

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。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 PP 酸质量分数的测定(总氨基值)

5.3.1 测定原理

采用反重氮化法。

利用芳香族伯胺在无机酸存在下,PP 酸与亚硝酸钠定量进行重氮化反应,测定 PP 酸的总氨基值。

5.3.2 试剂和溶液

- a) 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:1;
- b) 无水碳酸钠溶液:100 g/L;
- c) 溴化钾溶液:100 g/L;
- d) 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;
- e) 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

称取试样 0.4 g(精确至 0.0001 g),置于 500 mL 烧杯中,加 10 mL 无水碳酸钠溶液溶解后,加 300 mL 水和 10 mL 溴化钾溶液,冷却至 10℃~15℃,将滴定管尖端插入液面下,估计样品含量一次加入预计量 95 %左右的亚硝酸钠标准滴定溶液,搅拌 5 min 后,加入 30 mL 盐酸溶液,用淀粉-碘化钾试纸试之,应不呈蓝色,继续滴加亚硝酸钠标准滴定溶液,直至试样溶液对淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色,并保持 5 min 不变即为终点。补加的亚硝酸钠标准滴定溶液不应超过 1 mL(超过 1 mL 时,不能进行计算,需称取试样重做,直至符合要求)。

在相同条件下做一空白试验。

5.3.4 结果计算

PP 酸的总氨基值以质量分数 w_1 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c[(V_1 - V_0)/1000](M/2)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验中消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——PP 酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3\text{S})=279.31$];
- 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

PP 酸总氨基值平行测定结果之差不大于 0.30 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 PP 酸纯度的测定(HPLC)

5.4.1 测定原理

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 PP 酸及有机杂质,经紫外检测器在波长 254 nm 下检测,用峰面积归一化法测定 PP 酸的纯度。

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 $\pm 1\%$;
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 C_{18} 、5 μm ;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 微量注射器;
- e) 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 四丁基溴化铵;
- c) 四丁基溴化铵水溶液:4 g/L;
- d) 无水碳酸钠溶液:20 g/L;
- e) 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相:甲醇与四丁基溴化铵水溶液的体积比=40:60;
- b) 波长:254 nm;
- c) 流量:0.8 mL/min;
- d) 进样量:20 μL ;
- e) 柱温:室温。

可根据仪器不同,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 测定步骤

称取适量试样用少量无水碳酸钠溶液溶解,加水配制成浓度约为 0.5 g/L 的样品溶液,混合均匀,备用。

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取试样溶液 20 μL 注入进样阀中,待最后一个组分流出完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

在保证分离度、灵敏度和线性响应的前提下,进样量可以作适当调整。

5.4.6 结果计算

PP 酸纯度以 w_2 计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

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

式中:

A ——PP 酸的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——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。

5.4.7 允许差

PP 酸纯度平行测定结果之差应不大于 0.20 %,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。

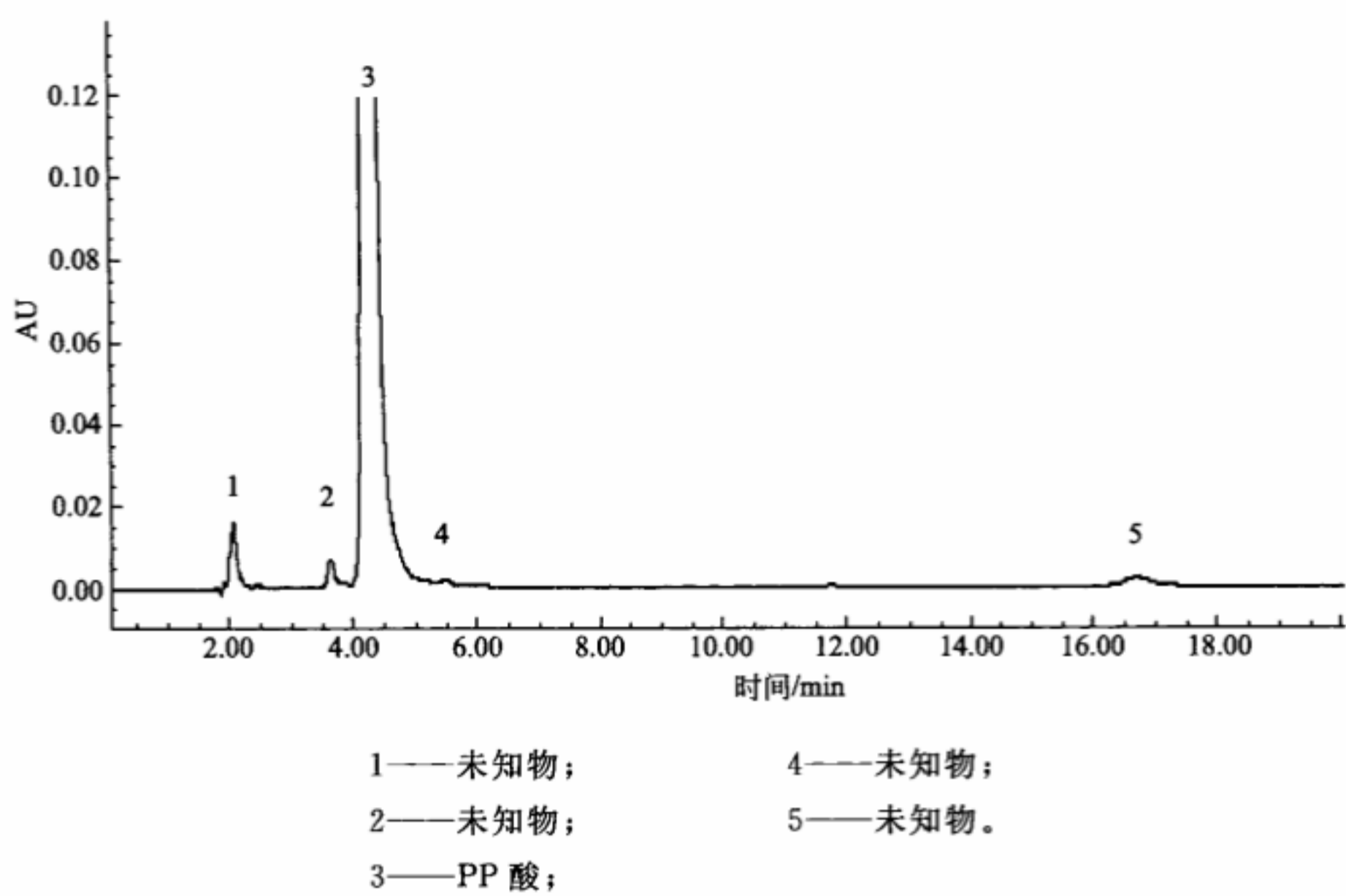


图 1 PP 酸液相色谱示意图

5.5 碱不溶物含量的测定

5.5.1 试剂和材料

- a) 氨水；
- b) G₃ 玻璃坩埚式过滤器。

5.5.2 测定步骤

称取 5 g 试样(精确至 0.001 g)于 500 mL 烧杯中,加 15 mL 氨水溶解,加入 300 mL 水,通过搅拌并加热至 80 ℃~90 ℃,使样品全部溶解。

其余按 GB/T 2381—2006 的有关规定进行。

5.5.3 允许差

碱不溶物含量平行测定结果之差应不大于 0.05 %,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。

6.1.1 出厂检验

PP 酸应由生产厂的质量检验部门检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 PP 酸都符合本标准的要求。

6.1.2 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。

6.2 标志、标签、包装、运输、贮存

6.2.1 标志

PP 酸的每个包装上都应涂印耐久、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(如适用)；

e) 净含量。

6.2.2 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。

6.2.3 包装

PP 酸装于内衬塑料袋的编织袋内。每袋净含量 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$ 或 $20\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定,但必须满足安全和环保的要求。

6.2.4 运输

PP 酸产品在运输过程中应防止暴晒、雨淋,装卸时做到轻上轻下,运输工具应清洁、干燥。

6.2.5 贮存

PP 酸应贮存于通风、干燥处,防止日晒、雨淋、受热。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
PP 酸(4,4'-二氨基-二苯胺-2-磺酸)
HG/T 4409—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:155025·1432

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