

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10

G 56

备案号: 34654—2012

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2076—2011

代替 HG/T 2076—2003

---

### ***N*-苯基-1-萘胺-8-磺酸(苯基周位酸)**

*N*-Phenyl-1-naphthylamine-8-sulfonic acid(Phenyl peri acid)

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分 标准的结构和编写》进行编制。

本标准代替 HG/T 2076—2003《N-苯基-1-萘胺-8-磺酸(苯基周位酸)》。

本标准与 HG/T 2076—2003 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

——增加了 CASRN:82-76-8(见 1);

——碱不溶物含量的指标由 $\leq 0.8\%$ 调整为 $\leq 0.5\%$ (见 3,2003 年年版的 3);

——将淀粉-碘化钾溶液修改为淀粉-碘化钾试纸或淀粉-碘化钾溶液(见 5.3.2,2003 年版的 5.2.2);

——优化了高效液相色谱的操作条件(见 5.4.4,2003 年版的 5.3.4)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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/TC 134)归口。

本标准起草单位:铜陵化工集团有机化工有限责任公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:曹文莲、朴克壮、杨家仁。

本标准所代替的标准历次版本发布情况为:

——HG/T 2076—1991;

——HG/T 2076—2003。

## N-苯基-1-萘胺-8-磺酸(苯基周位酸)

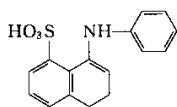
**警告**——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了 N-苯基-1-萘胺-8-磺酸(苯基周位酸)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 N-苯基-1-萘胺-8-磺酸产品的质量控制。

结构式:



分子式:  $C_{16}H_{13}NO_3S$

相对分子质量: 299.34(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 82-76-8

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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(neq GB/T 603—2002, ISO 6353-1 : 1982)

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

N-苯基-1-萘胺-8-磺酸的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 N-苯基-1-萘胺-8-磺酸的质量要求

项 目	指 标			试验方法
	干品		潮品	
	优等品	一等品		
(1)外观	绿褐至褐绿色结晶			5.2
(2) <i>N</i> -苯基-1-萘胺-8-磺酸的质量分数/%	≥98.00	≥97.00	≥70.00	5.3
(3)1-萘胺-8-磺酸的质量分数(HPLC)/%	≤1.50	≤2.00	≤2.00	5.4
(4)苯胺的质量分数(HPLC)/%	≤0.50	5.4		
(5)1-萘胺-5-磺酸的质量分数(HPLC)/%	≤0.50	5.4		
(6)碱不溶物的质量分数/%	≤0.50	5.5		

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。潮品产品从每批产品的 100 %袋(或桶)中取样,干品每批采样数应符合 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,所采样品总量潮品不得少于 1 000 g。干品不得少于 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,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 N-苯基-1-萘胺-8-磺酸含量的测定(偶合法)

5.3.1 测定原理

N-苯基-1-萘胺-8-磺酸与芳香族伯胺重氮盐定量地发生偶合反应,生成偶氮化合物。反应终点用滤纸上的润圈相交处所显示的颜色来检验。

5.3.2 试剂和溶液

- a) 对硝基苯胺;
- b) 盐酸;
- c) 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:1;
- d) 氨水;
- e) 乙酸溶液:乙酸与水的体积比=3:7;
- f) 氢氧化钠溶液:500 g/L;
- g) 乙酸钠溶液:200 g/L;
- h) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.25\text{ mol/L}$ ,标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点;
- i) 淀粉-碘化钾试纸或淀粉-碘化钾溶液。

5.3.3 对硝基苯胺重氮盐  $c(\text{C}_6\text{H}_4\text{ClN}_3\text{O}_2)=0.04\text{ mol/L}$  标准滴定溶液的配制与标定

- a) 对硝基苯胺盐酸盐  $c(\text{C}_6\text{H}_7\text{ClN}_2\text{O}_2)=0.2\text{ mol/L}$  标准溶液的配制

称取 27.7 g 经预先研细的对硝基苯胺于 1 000 mL 烧杯中,在搅拌下加入 100 mL 水,调成糊状,再加入 180 mL 盐酸,加热搅拌使之溶解,用水稀释并定容于 1 000 mL 容量瓶中,静置过夜,经过滤混匀后标定。

b) 对硝基苯胺盐酸盐  $c(\text{C}_6\text{H}_7\text{ClN}_2\text{O}_2)=0.2 \text{ mol/L}$  标准溶液的标定

吸取上述配制的溶液 25.00 mL,置于已加有 10 mL 盐酸溶液的 500 mL 烧杯中,加水稀释至 100 mL,冷却至  $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,然后用亚硝酸钠标准滴定溶液在搅拌下滴定,滴定管尖端插入液面下,滴定至接近终点 1 mL 时,将滴定管提出液面,再逐滴加入,以淀粉-碘化钾试纸或淀粉-碘化钾溶液试验终点。取一滴被滴定溶液,在淀粉-碘化钾试纸上呈微蓝色,或与新配制的淀粉-碘化钾溶液呈微蓝色,再经过 5 min 以后用同样方法检验,仍呈微蓝色,即为终点。同时做空白试验。

对硝基苯胺盐酸盐标准溶液的浓度以  $c_2$  计,数值用 mol/L 表示,按式(1)计算:

$$c_2 = \frac{c_1(V_1 - V_0)}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c_1$ ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——吸取对硝基苯胺盐酸盐标准溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

c) 对硝基苯胺重氮盐  $c(\text{C}_6\text{H}_4\text{ClN}_3\text{O}_2)=0.04 \text{ mol/L}$  标准滴定溶液的配制

准确吸取 0.2 mol/L 对硝基苯胺盐酸盐标准溶液 50.00 mL,置于已加有 30 mL 盐酸溶液的 250 mL 棕色容量瓶中,加入 20 mL  $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  的水,在摇动下,用滴定管一次加入计算量的亚硝酸钠标准滴定溶液,使溶液用淀粉-碘化钾试纸或淀粉-碘化钾溶液试验呈微蓝色,经过 5 min 以后用同样方法检验,仍呈微蓝色,再加入 0.1 mL 亚硝酸钠标准滴定溶液,然后加冰水稀释至刻度,并置于暗处的冰浴中备用。该标准溶液应用时现配,使用期限不超过 4 h。

对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液的浓度以  $c_3$  计,数值用 mol/L 表示,按式(2)计算:

$$c_3 = \frac{c_2 V_3}{V_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c_2$ ——对硝基苯胺盐酸盐标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_3$ ——吸取对硝基苯胺盐酸盐标准溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

$V_4$ ——250 mL 棕色容量瓶体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

### 5.3.4 测定步骤

称取潮品试样 3 g~4 g 或干品试样 2 g(精确至 0.000 2 g)于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 氨水及 80 mL 水,使之充分溶解(可稍微加热),将此溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。

用移液管吸取上述试样溶液 50.00 mL 置于 600 mL 烧杯中,加入 300 mL 水,加入约 3 mL 乙酸溶液,酸化至  $\text{pH}=5\sim 6$ ,再加入 30 mL 乙酸钠溶液,然后于  $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下用对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液滴定(标准溶液应置于带冰套管的棕色滴定管中),滴定时先加入比估计量少 2 mL 左右的对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液,然后再慢慢滴定,以偶合液滴在滤纸上的润圈与(1+1)的对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液润圈交界处呈微紫色后,即加入 12 mL 氢氧化钠溶液,使样液在显著碱性下进行碱化,维持 5 min,再用乙酸溶液进行酸化,使样液呈弱酸性  $\text{pH}=5\sim 6$ ,再用对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液进行滴定,如此反复多次(约 3 次),直至偶合液滴在滤纸上的润圈与(1+1)对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液润圈交界处紫色消失即为终点。

### 5.3.5 结果计算

N-苯基-1-萘胺-8-磺酸的含量以质量分数  $w_1$  计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{c_3 (V_5/1000) M}{m \times V_7/V_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c_3$  ——对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_5$  ——消耗对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

$M$  ——*N*-苯基-1-萘胺-8-磺酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [ $M(C_{16}H_{13}NO_3S) = 299.3$ ];

$m$  ——试样的质量数值,单位为克(g);

$V_6$  ——500 mL 容量瓶体积的准确数值,单位为毫升(mL);

$V_7$  ——吸取 50 mL 试样溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

### 5.3.6 允许差

*N*-苯基-1-萘胺-8-磺酸含量两次平行测定结果之差不大于 0.50 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

## 5.4 1-萘胺-5-磺酸、1-萘胺-8-磺酸、苯胺等有机杂质含量的测定(HPLC)

### 5.4.1 测定原理

采用高效液相色谱法,用内标法计算 1-萘胺-5-磺酸、1-萘胺-8-磺酸、苯胺等有机杂质的含量。

### 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  $C_{18} 5 \mu m$ 。

c) 色谱工作站或数据处理机。

d) 微量注射器:25  $\mu L$  平头。

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) 1-萘胺-8-磺酸标准品:含量 $\geq 98.0\%$  (质量分数);

d) 1-萘胺-5-磺酸标准品:含量 $\geq 98.0\%$  (质量分数);

e) 苯胺标准品:含量 $\geq 99.0\%$  (质量分数);

f) 2-萘酚标准品:含量 $\geq 99.0\%$  (质量分数);

g) 水:经 0.45  $\mu m$  膜过滤;

h) 氨水溶液:氨水与水的体积比=1:1;

i) 缓冲盐水溶液:4.0 g/L 的四丁基溴化铵。

### 5.4.4 色谱分析条件

a) 流动相:甲醇与缓冲盐水的体积比=65:35;

b) 波长:224 nm;

c) 流量:0.6 mL/min;

d) 进样量:10  $\mu L$ 。

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 测定步骤

#### 5.4.5.1 单一标准溶液的制备

- a) 称取 1-萘胺-8-磺酸标准品约 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,加 1 mL 氨水溶液溶解,用水稀释至刻度,混匀,为 A 液。
- b) 称取 1-萘胺-5-磺酸标准品约 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,加 1 mL 氨水溶液溶解,用水稀释至刻度,混匀,为 B 液。
- c) 称取苯胺标准品约 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,混匀,为 C 液。
- d) 称取内标物 2-萘酚标准品约 0.05 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,混匀,为 D 液。

5.4.5.2 混合标准溶液的制备

按下表的规定分别移取 A、B、C、D 液于 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混合均匀。混合标准溶液的组成应符合表 2 的要求,有效使用期为一周。

表 2 混合标准溶液的组成 单位为毫升(mL)

项目名称	标准混合溶液系列编号及体积				
序号	1	2	3	4	5
A 液	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
B 液	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30
C 液	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30
D 液	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
甲醇稀释至	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00

5.4.5.3 试样溶液的制备

称取干品试样约 0.1 g(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,或称取潮品试样约 0.5 g(精确至 0.000 2 g)于 500 mL 容量瓶中,加 1 mL 氨水溶液溶解,用水稀释至刻度,混合均匀。准确移取干品溶液 5.00 mL 或潮品溶液 6.00 mL,内标物 D 液 0.30 mL,于 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度备用。

5.4.5.4 测定

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器分别吸取试样溶液和与试样溶液中各有机杂质浓度相近的混合标准溶液各 10 μL 注入进样阀中,待最后一个组分流出完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或数据处理机进行结果处理。

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

1-萘胺-5-磺酸、1-萘胺-8-磺酸、苯胺等有机杂质的质量分数以  $w_i$  计,数值用%表示,按式(4)计算:

$$w_i = \frac{r m_s w_s}{r_s m_1 \times V_9 / V_8} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $r$ ——试样溶液中各有机杂质的响应值与内标物响应值之比;
- $m_s$ ——混合标准溶液中试样质量的数值,单位为克(g);
- $w_s$ ——各有机杂质标样的质量分数,数值用%表示;
- $r_s$ ——标样溶液中各有机杂质的响应值与内标物响应值之比;
- $m_1$ ——试样质量的数值,单位为克(g);
- $V_8$ ——100 mL 或 500 mL 容量瓶体积的准确数值,单位为毫升(mL);
- $V_9$ ——移液管移取试样溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

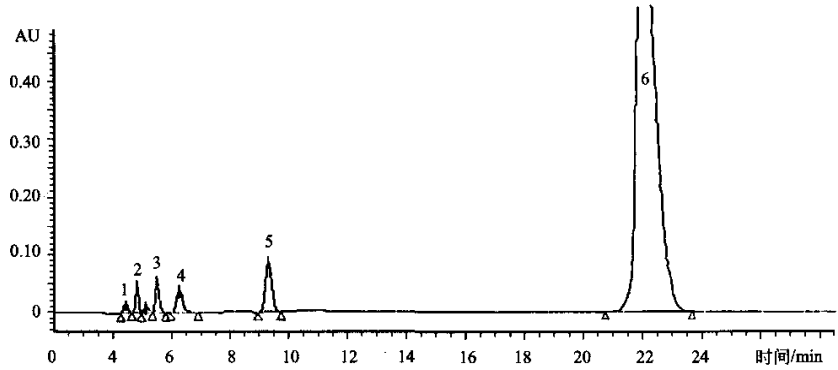
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.7 允许差

各有机杂质两次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。

5.4.8 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——未知物；
- 2——1-萘胺-5-磺酸；
- 3——1-萘胺-8-磺酸；
- 4——苯胺；
- 5——2-萘酚；
- 6——N-苯基-1-萘胺-8-磺酸。

图 1 N-苯基-1-萘胺-8-磺酸液相色谱示意图

5.5 碱不溶物含量的测定

5.5.1 试剂和材料

- a) 碳酸钠溶液:100 g/L；
- b) 恒温干燥箱；
- c) G<sub>3</sub> 玻璃坩埚式过滤器。

5.5.2 测定步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.1 g)于 500 mL 烧杯中,加 200 mL 水,再加入约 40 mL 碳酸钠溶液,控制 pH=8,通过搅拌并加热至 50℃~60℃,使样品全部溶解,用在 100℃~105℃已恒重的 G<sub>3</sub> 玻璃坩埚式过滤器趁热过滤,用热水洗涤到溶液无色为止,抽干后置于 100℃~105℃恒温干燥箱中,烘至恒重。

5.5.3 结果计算

碱不溶物含量以质量分数  $w_2$  计,数值用 % 表示,按式(5)计算:

$$w_2 = \frac{m_3 - m_2}{m_4} \times 100 \% \quad (5)$$

式中:

- $m_2$ ——空 G<sub>3</sub> 玻璃坩埚式过滤器的质量数值,单位为克(g);
- $m_3$ ——烘干后 G<sub>3</sub> 玻璃坩埚式过滤器与碱不溶物总质量的数值,单位为克(g);
- $m_4$ ——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。

5.5.4 允许差

碱不溶物含量两次平行测定结果之差应不大于 0.05 % (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中规定的全部项目为出厂检验项目。

### 6.2 出厂检验

*N*-苯基-1-萘胺-8-磺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 *N*-苯基-1-萘胺-8-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规定时,干品应重新自两倍量的包装中取样进行检验,潮品应重新取样进行检验,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

*N*-苯基-1-萘胺-8-磺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;
- 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

*N*-苯基-1-萘胺-8-磺酸装于内衬塑料袋的铁桶或编织袋内。每桶(袋)净含量  $25\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$  或  $50\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ 。其它包装可与用户协商确定,但必须满足安全和环保的要求。

### 7.4 运输

*N*-苯基-1-萘胺-8-磺酸产品在运输过程中应防止曝晒、雨淋,装卸时做到轻上轻下,运输工具应清洁、干燥。

### 7.5 贮存

*N*-苯基-1-萘胺-8-磺酸应贮存于通风、干燥处,防止日晒、雨淋、受热。

中华人民共和国  
化工行业标准  
**N-苯基-1-萘胺-8-磺酸(苯基周位酸)**

HG/T 2076—2011

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 $\frac{1}{2}$  字数16千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1135

---

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:12.00元

版权所有 违者必究