

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:27302—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3387—2009

代替 HG/T 3387—1999

1-萘胺-4-磺酸钠

1-Naphthylamine-4-sulfonic acid sodium salt

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3387—1999《1-萘胺-4-磺酸钠》。

本标准与 HG/T 3387—1999 的主要差异如下：

- 外观增加在贮存时允许颜色变深(1999 年版的 3,本版的 3)；
- 1-萘胺含量的测定由内标法修改为外标法(1999 年版的 5.3,本版的 5.4)；
- 包装净含量由 50 kg 修改为 25 kg(1999 年版的 7.3,本版的 7.2)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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：江苏华达化工集团有限公司、常州市春港化工有限公司、沈阳化工研究院。

本标准主要起草人：李春梅、徐光辉、周浩江、阎龙、胡亚东、马燕东。

本标准 1965 年首次发布为化工部颁标准 HG 2-203—1965,1980 年复审为 HG 2-203—1980,1999 年修订并调整为推荐性化工行业标准 HG/T 3387—1999。

1-萘胺-4-磺酸钠

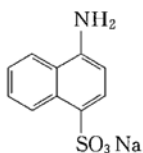
警告:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 1-萘胺-4-磺酸钠的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输及贮存。

本标准适用于 1-萘胺-4-磺酸钠产品的质量控制。

结构式:



分子式: $C_{10}H_8NNaO_3S$

相对分子质量: 245.23 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 130-13-2

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008;mod ISO 780:1997)

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

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2381—2007 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 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008;mod ISO 3696:1987)

3 要求

1-萘胺-4-磺酸钠的质量应符合表 1 的要求。

表 1 1-萘胺-4-磺酸钠的质量要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
1. 外观	灰白色结晶(贮存时允许颜色变深)	
2. 1-萘胺-4-磺酸钠的质量分数(总氨基值)/%	≥ 75.00	74.00
3. 1-萘胺的质量分数(HPLC)/%	≤ 0.02	0.02
4. 水不溶物的质量分数/%	≤ 0.10	0.20

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。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、密封良好的避光容器中,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 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 1250—1989 中的 5.2 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 1-萘胺-4-磺酸钠含量(总氨基值)的测定

5.3.1 方法提要

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在过量无机酸存在下与亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

5.3.2 试剂和溶液

- a) 盐酸溶液(1+1):盐酸与水的体积比=1:1;
- b) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{ mol/L}$,标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点;
- c) 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 分析步骤

称取试样约 8 g(精确至 0.000 2 g),置于 600 mL 烧杯中,加入 200 mL 40℃~60℃的热水使之溶解,冷却至室温后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。用移液管吸取 50 mL 上述溶液注入盛有 900 mL 水的 1 000 mL 烧杯中,加热至 30℃~35℃,在不断搅拌下,用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定。滴定时迅速一次性加入所需量 95%的亚硝酸钠标准滴定溶液,搅拌 1 min~2 min 后,迅速一次性加入 40 mL 盐酸溶液,然后继续滴定直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈,并保持 5 min 不变即为终点。

在相同条件下做空白试验。

5.3.4 结果计算

1-萘胺-4-磺酸钠含量(总氨基值)以质量分数 w_1 计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c[(V-V_0)/1\,000]M}{m(V_1/V_2)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——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 ——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 ——空白试验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);
 M ——1-萘胺-4-磺酸钠的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{NNaO}_3\text{S})=245.23$];
 m ——试样的质量数值,单位为克(g);
 V_1 ——50 mL 移液管体积的准确数值,单位为毫升(mL);
 V_2 ——500 mL 容量瓶体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.5 允许差

1-萘胺-4-磺酸钠含量(总氨基值)两次平行测定结果之差不大于 0.3 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 1-萘胺含量的测定

5.4.1 方法原理

采用高效液相色谱法,用峰面积外标法计算 1-萘胺含量。

5.4.2 仪器设备

- 液相色谱仪:输液泵——流量范围(0.1~5.0) 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;
- 色谱柱:长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18}ODS 5 μm ;
- 数据处理机:色谱工作站或积分仪;
- 微量注射器:10 μL ~25 μL 平头;
- 超声波发生器;
- 微量天平,感量 ± 0.01 mg。

5.4.3 试剂和溶液

- 1-萘胺标准品:含量 $\geq 99.0\%$ (质量分数);
- 甲醇:色谱纯;
- 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.4.4 色谱分析条件

- 流动相:甲醇与水的体积比=50:50;
- 波长:254 nm;
- 流量:1.0 mL/min;
- 进样量:10 μL 。

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 1-萘胺标样溶液的制备

称取 1-萘胺标准品 50 mg (精确至 0.1 mg) 于 50 mL 棕色容量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中振荡溶解备用。此为标准溶液 A。

用移液管准确吸取 5.0 mL 标准溶液 A,于 50 mL 棕色容量瓶中,用流动相溶解,并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中振荡溶解备用。此为标准溶液 B。

按表 2 分别吸取标准溶液 B,配制系列标准溶液 1、2、3、4、5 号,用流动相稀释至 25 mL,备用。

表 2 1-萘胺系列标准溶液的配制

标准溶液序号	1	2	3	4	5
加入标准溶液 B/mL	0.25	0.50	0.75	1.00	1.25
甲醇稀释至体积/mL	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0

5.4.6 试样溶液的制备

称取试样约 0.4 g(精确至 0.000 2 g)于 25 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,于超声波发生器中振荡溶解备用。

5.4.7 分析步骤

开启色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,选择适合的 1-萘胺标准溶液,用微量注射器分别进标准溶液和试样溶液各 10 μ L,待最后一个组分流出现完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.8 结果计算

1-萘胺的含量以质量分数 w_2 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_i m_s w_s}{A_s m_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_i ——试样中 1-萘胺的峰面积数值;

m_s ——对应的系列标准溶液中 1-萘胺标准品的质量数值,单位为毫克(mg);

w_s ——1-萘胺标准品的含量,单位为质量分数(%);

A_s ——对应的系列标准溶液中 1-萘胺的峰面积数值;

m_i ——试样的质量数值,单位为克(g)。

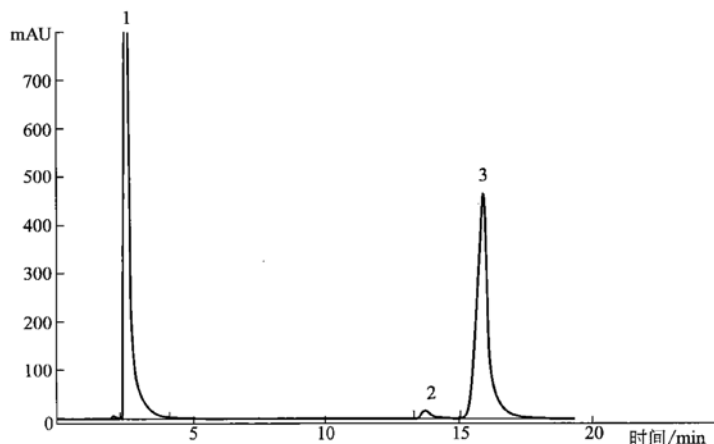
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.9 允许差

1-萘胺含量两次平行测定结果之差应不大于 0.01 %(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4.10 色谱图

色谱图见图 1。



1——1-萘胺-4-磺酸钠;

2——未知物;

3——1-萘胺。

图 1 1-萘胺-4-磺酸钠液相色谱示意图

5.5 水不溶物含量的测定

按 GB/T 2381—2007 的规定进行。称取样品 3 g~5 g。

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

1-萘胺-4-磺酸钠应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的 1-萘胺-4-磺酸钠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,重新检验的结果有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志、标签

1-萘胺-4-磺酸钠的每个包装上都应按 GB 190 和 GB/T 191 中的有关规定涂上牢固、清晰的有毒物品标志,并注明:产品名称、等级、注册商标、净含量、产品生产许可证编号及标志(如适用)、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上,并和产品质量检验合格的证明一起粘贴在包装袋的外面。

7.2 包装

1-萘胺-4-磺酸钠用内衬塑料袋的编织袋包装。每袋净含量 25 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

1-萘胺-4-磺酸钠产品在运输过程中应避免曝晒、碰撞和雨淋。

7.4 贮存

1-萘胺-4-磺酸钠有毒。应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内,防止受热受潮,远离火源。产品应按相关规定,按有毒化学品贮运。

中华人民共和国

化工行业标准

1-萘胺-4-磺酸钠

HG/T 3387—2009

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数11千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0784

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