

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

G 56

备案号: 30203—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3389—2010

代替 HG/T 3389—2002

1-萘胺-8-磺酸(周位酸)

1-Naphthylamine-8-sulfonic acid(Peric acid)

2010-11-22 发布

2011-03-01 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 3389—2002《1-萘胺-8-磺酸(周位酸)》。

本标准与 HG/T 3389—2002 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 增加了 CAS RN:82-75-7(见 1);
- 将淀粉-碘化钾试纸修改为淀粉-碘化钾试纸或淀粉-碘化钾溶液(见 5.3.2,2002 年版的 5.2.1);
- 吸收波长由 210 nm 修改为 224 nm(见 5.4.4,2002 年版的 5.3.4);
- 调整标样和样品的称样量(见 5.4.5,2002 年版的 5.3.5);
- 干品和潮品的 1-萘胺-7-磺酸含量指标均由 0.80 %调整为 0.50 %(见 3,2002 年版的 3);
- 取消萘内磺酯重量法测定潮品 1-萘胺-8-磺酸含量的方法(2002 年版的 5.4)。

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。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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: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。

本标准所代替的标准历次版本发布情况为:

- HG 2-302—1965;
- HG 2-302—1980;
- HG/T 3389—1980;
- HG/T 3389—2002。

1-萘胺-8-磺酸(周位酸)

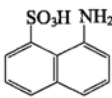
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 1-萘胺-8-磺酸(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、贮存。

本标准适用于 1-萘胺-8-磺酸产品的质量控制。

结构式:



分子式: $C_{10}H_9NO_3S$

相对分子质量: 223. 25(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 82-75-7

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(GB/T 603—2002, neq 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

1-萘胺-8-磺酸的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 1-萘胺-8-磺酸的质量要求

项 目	指 标	
	干品	潮品
(1) 外观	浅灰微带红色粉末	浅灰微带红色膏状物
(2) 总氨基值的质量分数/%	≥ 90.00	71.00
(3) 1-萘胺-8-磺酸的质量分数/%	≥ 87.00	68.00
(4) 1-萘胺-5-磺酸的质量分数/%	≤ 1.00	1.00
(5) 1-萘胺-6-磺酸的质量分数/%	≤ 0.20	0.20
(6) 1-萘胺-7-磺酸的质量分数/%	≤ 0.50	0.50

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。干品每批采样数应符合 GB/T 6678—

2003 中 7.6 的规定采样,潮品产品从每批产品的 100 % 包装桶中取样。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,干品所采样品总量不得少于 500 g,潮品采样总量不得少于 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 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 总氨基值的测定

5.3.1 测定原理

采用重氮化法。1-萘胺-8-磺酸与亚硝酸钠定量进行重氮化反应,测定 1-萘胺-8-磺酸的总氨基值。

5.3.2 试剂和溶液

a) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $[c(\text{NaNO}_2)=0.5 \text{ mol/L}]$, 终点判定用淀粉-碘化钾试纸或淀粉-碘化钾溶液;

b) 氨水溶液: 氨水与水的体积比=1:1;

c) 溴化钾溶液: 100 g/L;

d) 盐酸溶液: 盐酸与水的体积比=3:7;

e) 淀粉-碘化钾试纸或淀粉-碘化钾溶液。

5.3.3 测定步骤

称取干品试样约 3 g(精确至 0.000 2 g),置于 600 mL 烧杯中,加入 8 mL 氨水溶液和 200 mL 水,在 40 °C~50 °C 条件下溶解至溶液透明。然后用布氏漏斗过滤,并用水洗涤。滤液和洗液收集于 1 000 mL 烧杯中,加水稀释至总体积约为 500 mL,此为溶液 A,备滴定。

称取潮品试样约 20 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 80 mL 氨水溶液和 100 mL 水,在 40 °C~50 °C 条件下溶解至溶液透明。然后用布氏漏斗过滤,并用水洗涤。把滤液和洗液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。从容量瓶中准确吸取 100.00 mL 溶液于事先盛有 400 mL 水的 1 000 mL 烧杯中,此为溶液 B,备滴定。

于上述溶液 A 或溶液 B 中,加入 10 mL 溴化钾溶液,升温至 35 °C~40 °C,在不停搅拌下,由滴定管迅速加入约 90 %~95 % 滴定试样需用量的亚硝酸钠标准滴定溶液,然后一次加入 50 mL 盐酸溶液,继续滴定并用淀粉-碘化钾试纸或淀粉-碘化钾溶液试验,当试液点在淀粉-碘化钾试纸上出现浅蓝色或与淀粉-碘化钾溶液呈现浅蓝色,并保持 5 min 不消失,即为终点。

在同样条件下做一空白试验。

5.3.4 结果计算

1-萘胺-8-磺酸的总氨基值以质量分数 w_1 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c[(V_1 - V_0)/1\,000]M}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

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_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 ——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-8-磺酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_3\text{S})=223.25$];

m ——参与反应试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.5 允许差

1-萘胺-8-磺酸的总氨基值两次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 1-萘胺-8-磺酸含量及有机杂质含量的测定(HPLC)

5.4.1 方法原理

采用高效液相色谱法分离各有机组分,用内标法计算1-萘胺-8-磺酸及有机杂质1-萘胺-5-磺酸、1-萘胺-6-磺酸、1-萘胺-7-磺酸含量。

5.4.2 仪器设备

- 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;
- 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 ;
- 色谱工作站或积分仪;
- 平头微量注射器:25 μL ;
- 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯;
- 1-萘胺-8-磺酸标准品:含量 $\geq 98.0\%$ (质量分数);
- 1-萘胺-5-磺酸标准品:含量 $\geq 98.0\%$ (质量分数);
- 1-萘胺-6-磺酸标准品:含量 $\geq 98.0\%$ (质量分数);
- 1-萘胺-7-磺酸标准品:含量 $\geq 98.0\%$ (质量分数);
- 对甲苯磺酸;
- 四丁基溴化铵;
- 磷酸二氢钾;
- 磷酸;
- 氨水溶液:氨水与水的体积比=1:1;
- 缓冲盐水溶液:1 g/L的四丁基溴化铵、2 g/L的磷酸二氢钾,用磷酸调 $\text{pH}=4.0$ 。

5.4.4 色谱分析条件

- 流动相:甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=30:70;
- 波长:224 nm;
- 流量:0.6 mL/min;
- 进样量:5 μL 。

可根据仪器设备不同,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0.2 g(精确至0.000 2 g),置于100 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0.05 g(精确至0.000 2 g),置于100 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1-萘胺-6-磺酸标准品0.02 g(精确至0.000 2 g),置于100 mL容量瓶中,加1 mL氨水溶

液溶解,用水稀释至刻度,混匀,为 C 液。

d) 称取 1-萘胺-7-磺酸标准品 0.04 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 氨水溶液溶解,用水稀释至刻度,混匀,为 D 液。

e) 称取内标物(对甲苯磺酸)0.2 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 氨水溶液溶解,用水稀释至刻度,混匀,为 E 液。

5.4.5.2 标准混合溶液的制备

按表 2 的规定分别移取 A 液、B 液、C 液、D 液、E 液于 5 个已编号的 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混合均匀,制得 1 号、2 号、3 号、4 号、5 号标准混合溶液。

表 2 标准混合溶液的组成

单位为毫升

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	8.00	9.00	10.00	11.00	12.00
B 液	1.00	0.80	0.60	0.40	0.20
C 液	1.00	0.80	0.60	0.40	0.20
D 液	1.00	0.80	0.60	0.40	0.20
E 液	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
水稀释至体积	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

5.4.5.3 试样溶液的制备

称取干品 1-萘胺-8-磺酸 0.25 g(精确至 0.000 2 g),于 100 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。用移液管准确吸取 10.00 mL 试样溶液、5.00 mL 内标物 E 液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀备用。

准确移取(5.3.3)配制的潮品试样溶液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,准确加入 5.00 mL 内标物 E 液,用水稀释至刻度,混匀备用。

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(5.4.5.3)和与试样溶液中 1-萘胺-8-磺酸及有机杂质浓度相近的标准混合溶液(5.4.5.2)各 5 μ L 注入进样阀中,待最后一个组分流完(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。

5.4.5.5 结果计算

1-萘胺-8-磺酸及有机杂质的含量以质量分数 w_i 计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{r m_s w_s}{r_s m_1} \quad (2)$$

式中:

r ——试样溶液中 1-萘胺-8-磺酸(及各有机杂质)与内标物响应值之比;

m_s ——标样质量的准确数值,单位为克(g);

w_s ——标样中 1-萘胺-8-磺酸(及各有机杂质)的质量分数,以 % 表示;

r_s ——标样溶液中 1-萘胺-8-磺酸(及各有机杂质)与内标物响应值之比;

m_1 ——试样质量的准确数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

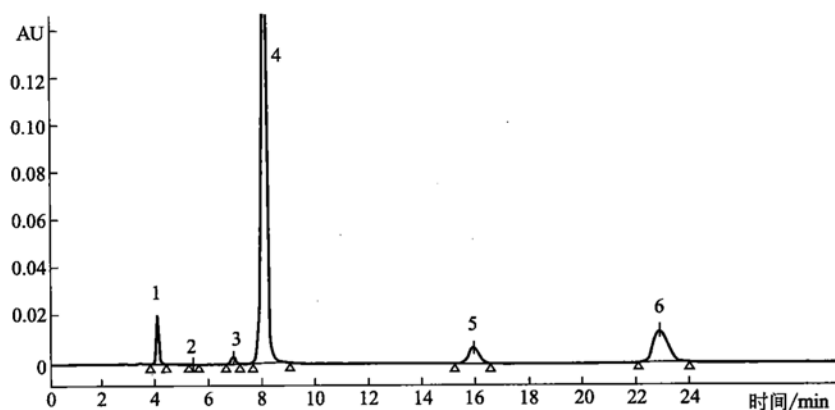
5.4.6 允许差

1-萘胺-8-磺酸含量的两次平行测定结果之差应不大于 0.50 % (质量分数),各有机杂质含量两次

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。

5.4.7 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——1-萘胺-5-磺酸;
- 2——未知物;
- 3——1-萘胺-6-磺酸;
- 4——1-萘胺-8-磺酸;
- 5——1-萘胺-7-磺酸;
- 6——对甲基苯磺酸(内标物)。

图 1 1-萘胺-8-磺酸液相色谱示意图

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

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 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, 检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求, 则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志、标签

7.1.1 标志

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;
- f) 产品质量检验合格证明。

7.1.2 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。

7.2 包装

1-萘胺-8-磺酸用内衬塑料袋的木桶或铁桶包装,并加密封和封印,每桶净含量 $50\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ 。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。

7.3 运输

1-萘胺-8-磺酸产品在运输过程中应防止曝晒和雨淋,小心轻放,避免碰撞。运输工具应清洁、干燥。

7.4 贮存

1-萘胺-8-磺酸应贮存于阴凉、干燥处,防止日晒、雨淋、受热。

附录 A

(资料性附录)

1-萘胺-8-磺酸、1-萘胺-5-磺酸、1-萘胺-6-磺酸、1-萘胺-7-磺酸标准品的制备

A.1 1-萘胺-8-磺酸标准品的制备

A.1.1 试剂和溶液

- a) 1-萘胺-8-磺酸:工业品;
- b) 氨水;
- c) 硫酸溶液:硫酸与水的体积比=1:9。

A.1.2 制备步骤

取工业品 1-萘胺-8-磺酸 200 g 左右,置于 2 000 mL 烧杯中,加水 800 mL,加氨水至 $\text{pH}=8\sim 9$ 并加热溶解,趁热过滤,滤液用硫酸溶液酸析至 $\text{pH}=4.7$,酸析温度 $90\text{ }^{\circ}\text{C}$,降温至 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 过滤并用水洗涤 2 次,按上述方法重复 3 次~4 次。于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱内烘干,用液相色谱仪按 5.4.4 的条件进行分析,无其他杂质峰,视为标准品,以化学法测其含量。

A.2 1-萘胺-5-磺酸标准品的制备

A.2.1 试剂和溶液

- a) 1-萘胺-5-磺酸:工业品;
- b) 氨水;
- c) 硫酸溶液:硫酸与水的体积比=1:1。

A.2.2 制备步骤

取干品 1-萘胺-5-磺酸(工业品)200 g 左右,置于 2 000 mL 烧杯中,加水 800 mL,加氨水至 $\text{pH}=8\sim 9$ 并加热溶解,趁热过滤,滤液用硫酸溶液酸析到 $\text{pH}=1\sim 2$,酸析温度 $90\text{ }^{\circ}\text{C}$,降温至 $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 过滤并用水洗涤 2 次,按上述方法重复 3 次~4 次。于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱内烘干,用液相色谱仪按 5.4.4 的条件进行分析,无其他杂质峰,视为标准品,以化学法测其含量。

A.3 1-萘胺-6-磺酸标准品的制备

A.3.1 试剂和溶液

- a) 1-萘胺-6-磺酸:工业品;
- b) 氨水;
- c) 硫酸溶液:硫酸与水的体积比=1:1;
- d) 刚果红试纸。

A.3.2 制备步骤

取工业品 1-萘胺-6-磺酸 200 g 左右,置于 2 000 mL 烧杯中,加水 800 mL,加氨水至 $\text{pH}=8\sim 9$ 并加热溶解,趁热过滤,滤液用硫酸溶液酸析至刚果红试纸变蓝,酸析温度 $90\text{ }^{\circ}\text{C}$,降温至 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 过滤,用水洗涤抽干,按上述方法重复 3 次~4 次。于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱内烘干,用液相色谱仪按 5.4.4 的条件进行分析,无其他杂质峰,视为标准品,以化学法测其含量。

A.4 1-萘胺-7-磺酸标准品的制备

A.4.1 试剂和溶液

- a) 1-萘胺-7-磺酸:工业品;
- b) 氨水;

- c) 硫酸铵;
- d) 硫酸溶液:硫酸与水的体积比=1:1;
- e) 刚果红试纸。

A.4.2

取工业品 1-萘胺-7-磺酸 200 g 左右,置于 2 000 mL 烧杯中,加水 800 mL,加氨水至 pH=8~9 并加热溶解,趁热过滤,滤液加入硫酸铵 120 g,溶解后静置 12 h,过滤,滤饼用饱和硫酸铵溶液洗净抽干,将滤饼在 800 mL 水中升温至 75 ℃溶解,加入硫酸溶液酸析至刚果红试纸变蓝,降温至 50 ℃过滤,用水洗涤抽干,按上述方法重复 3 次~4 次。于 100 ℃~105 ℃烘箱内烘干,用液相色谱仪按 5.4.4 的条件进行分析,无其他杂质峰,视为标准品,以化学法测其含量。

中华人民共和国

化工行业标准

1-萘胺-8-磺酸(周位酸)

HG/T 3389—2010

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 $\frac{3}{4}$ 字数 18 千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0932

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