

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

G 56

备案号:34655—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4255—2011

N-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺

N-Ethyl-*N*-sulfobenzyl aniline

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

本标准按 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。
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/TC134)归口。
本标准起草单位：杭州下沙恒升化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。
本标准主要起草人：李信、蒲爱军、韩晓琴、周雨颂。

N-乙基-N-磺酸苄基苯胺

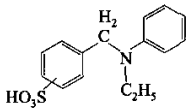
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 N-乙基-N-磺酸苄基苯胺产品的要求、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-乙基-N-磺酸苄基苯胺的产品质量控制,也适用于 N-乙基-N-(3'-磺酸苄基)苯胺的产品质量控制。

结构式:



分子式:C₁₅H₁₇NO₃S

相对分子质量:291.37(按 2007 年国际相对原子质量)

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

GB/T 2386-- 2006 染料及染料中间体 水分的测定

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

N-乙基-N-磺酸苄基苯胺的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 N-乙基-N-磺酸苄基苯胺的质量要求

项 目	指标		试验方法
	优等品	一等品	
(1)外观	白色粉末		5.2
(2)N-乙基-N-磺酸苄基苯胺的质量分数(化学法)/%	≥95.00	≥90.00	5.3
(3)N-乙基-N-磺酸苄基苯胺纯度(HPLC)/%	≥99.00	≥98.00	5.4
(4)水分的质量分数/%	≤1.00	≤2.00	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 N-乙基-N-磺酸苄基苯胺含量的测定(化学法)

5.3.1 测定原理

利用氨基的邻、对位被碘取代,反应完全后用硫代硫酸钠标准滴定溶液反滴定过量的碘。

5.3.2 试剂和溶液

- a) 碳酸氢钠;
- b) 冰乙酸;
- c) 碳酸钠溶液:100 g/L;
- d) 碘标准滴定溶液: $c(1/2I_2) = 0.1 \text{ mol/L}$;
- e) 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3) = 0.1 \text{ mol/L}$;
- f) 酚酞指示剂:1 g/L 乙醇溶液;
- g) 淀粉溶液:5 g/L。

5.3.3 测定步骤

称取试样约 4.5 g (精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,再加 20 mL 碳酸钠溶液,使其溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

用移液管吸取 50 mL 上述溶液于 250 mL 碘量瓶中,加 4 g 碳酸氢钠,在摇动下加 50 mL 碘标准滴定溶液,盖上瓶塞,水封,于暗处放置 15 min,控制反应温度 $20^\circ\text{C} \sim 25^\circ\text{C}$ 。在 1 000 mL 烧杯中加入 400 mL 水、20 mL 冰乙酸;冷却至 $10^\circ\text{C} \sim 15^\circ\text{C}$,将碘量瓶中的溶液全部移到烧杯中,用水洗涤碘量瓶 3 次~4 次,洗液一并转移到烧杯中,控制体积在 750 mL,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅褐色,加 2 mL 淀粉溶液,继续滴定至蓝紫色消失,溶液呈明亮的淡绿色为终点。

5.3.4 结果计算

N-乙基-N-磺酸苄基苯胺的含量以质量分数 w_1 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(c_1 V_1 - c_2 V_2) / 1\,000] (M/3)}{m \times V_4 / V_3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——碘标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——加入的碘标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——硫代硫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_2 ——滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

M —— N -乙基- N -磺酸苄基苯胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(C_{15}H_{17}NO_3S) = 291.37$];

m ——试样的质量数值,单位为克(g);

V_3 ——500 mL 容量瓶体积的准确数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——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。

5.3.5 允许差

N -乙基- N -磺酸苄基苯胺含量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 N -乙基- N -磺酸苄基苯胺的纯度测定(HPLC)

5.4.1 测定原理

采用高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇和四丁基溴化铵水溶液为流动相,分离 N -乙基- N -磺酸苄基苯胺及各有机杂质组分,经紫外检测器检测,用峰面积归一法测定 N -乙基- N -磺酸苄基苯胺的纯度。

5.4.2 仪器

- 高效液相色谱仪: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;
- 色谱工作站或积分仪;
- 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 ODS C_{18} 、粒径 5 μm ;
- 进样器:微量注射器或自动进样器;
- 分析天平(感量:0.1 mg);
- 超声波发生器。

5.4.3 试剂

- 甲醇:色谱纯;
- 水:经 0.45 μm 膜过滤;
- 四丁基溴化铵水溶液:2 g/L。

5.4.4 色谱操作条件

- 流动相:甲醇与四丁基溴化铵水溶液的体积比=62:38;
- 流速:0.8 mL/min;
- 波长:254 nm;
- 进样量:5 μL 。

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 试样溶液的配制

称取 N -乙基- N -磺酸苄基苯胺试样约 20 mg(精确至 0.1 mg)置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,盖紧瓶塞,于超声波发生器中振荡、充分溶解,为试样溶液。

5.4.6 测定步骤

开启色谱仪。待色谱仪各项操作条件稳定后,用进样器吸取试样溶液依次注入进样阀,待最后一个组分流出完毕(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 结果计算

N -乙基- N -磺酸苄基苯胺的纯度以 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 —— N -乙基- N -磺酸苄基苯胺的峰面积数值;

$\sum A_i$ —各组分的峰面积数值之和。

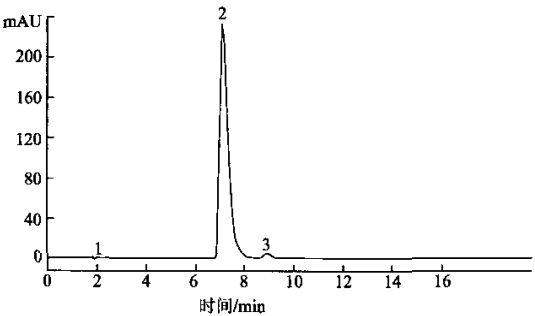
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.8 允许差

N-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺纯度平行测定结果之差应不大于 0.30%，取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱图

色谱图见图 1。



说明：

- 1——溶剂；
- 2——*N*-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺；
- 3——未知物。

图 1 *N*-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺色谱示意图

5.5 *N*-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.2“烘干法”进行。烘干温度 100℃～105℃，称样量 2 g(精确至 0.000 1 g)。

两次测定结果之差应不大于 0.05%(质量分数)，取平行测定结果的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

N-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺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*-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺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-乙基-*N*-磺酸苄基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(如适用)；

e) 净含量。

7.2 标签

N-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺产品应有标签,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-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺用内衬塑料袋的编织袋、铁桶或塑料桶包装,每袋(桶)净含量 25 kg ± 0.2 kg 或 50 kg ± 0.2 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

N-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋,切勿损坏包装。

7.5 贮存

N-乙基-*N*-磺酸苄基苯胺应贮存于阴凉、干燥、通风处,防止受潮受热。

中华人民共和国
化工行业标准
***N*-乙基-*N*-磷酸苄基苯胺**

HG/T 4255—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 11 千字

2012 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·1222

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