

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

G 57

备案号:30200—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3415—2010

代替 HG/T 3415—2001

红色基 B(2-甲氧基-4-硝基苯胺)

Red base B(2-Methoxy-4-nitroaniline)

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。

本标准代替 HG/T 3415—2001《红色基 B》。

本标准与 HG/T 3415—2001 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 将标准名称修改为《红色基 B(2-甲氧基-4-硝基苯胺)》(见标准名称,2001 年版的标准名称)；
- 增加 CAS RN(见 1)；
- 增加了潮品指标(见 3)；
- 增加液相色谱法测定红色基 B(2-甲氧基-4-硝基苯胺)含量的控制项目、技术指标和测定方法(见 3、5.5)；
- 对采样进行了规范(见 4,2001 年版的 4)；
- 增加“生产颜料用的红色基 B 不测色光和强度”的要求(见 3)。

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：沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：蒲爱军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2-200—1965；
- HG/T 2-200—1980；
- ZB/TG 57 001—1985；
- HG/T 3415—1999；
- HG/T 3415—2001。

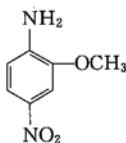
红色基 B (2-甲氧基-4-硝基苯胺)

1 范围

本标准规定了红色基 B(2-甲氧基-4-硝基苯胺, C. I. Azoic Diazo Component 5)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。

本标准适用于红色基 B 的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_7H_8N_2O_3$

相对分子质量: 168.15 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 97-52-9

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 2374—2007 染料 染色测定的一般条件规定

GB/T 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 2384—2007 染料中间体 熔点范围测定通用方法

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

红色基 B 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 红色基 B 的质量要求

项 目	指 标	
	干 品	潮 品
(1)外观	黄色粉末	浅黄色结晶
(2)在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的色光(与标准品)	近似~微 ^a	
(3)在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的强度(为标准品)/分	100 ^b	
(4)红色基 B 的质量分数(氨基值)/% \geq	99.00	82.00
(5)红色基 B 的纯度(HPLC)/% \geq	99.50	99.50
(6)干品初熔点/% \geq	139.0	—
(7)盐酸不溶物的质量分数/% \leq	0.20	0.25
(8)水分的质量分数/% \leq	0.50	—
^a 生产颜料用的红色基 B 不测色光。		
^b 生产颜料用的红色基 B 不测强度。		

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,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、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 在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的色光及强度的测定

一般条件应符合 GB/T 2374—2007 的有关规定。

5.3.1 测定原理

将红色基 B 试样和标样的重氮盐溶液,分别与色酚 AS 在棉纤维上偶合,对在棉纤维上所生成的色光和强度进行目视比较。

5.3.2 试剂和溶液

- 色酚 AS:工业品;
- 乙醇:95 % (体积分数);
- 无水碳酸钠;
- 盐酸;
- 亚硝酸钠溶液:100 g/L;
- 氢氧化钠溶液:350 g/L;
- 乙酸钠溶液:200 g/L;
- 氯化钠溶液:100 g/L;
- 乙酸溶液:100 g/L;

- j) 甲醛溶液:350 g/L;
- k) 匀染剂 O 溶液:10 g/L;
- l) 中性皂片:含脂肪酸 60 %;
- m) 土耳其红油:工业品,40 %;
- n) 土耳其红油碱溶液:20 mL 土耳其红油,加入 10 mL 氢氧化钠溶液,用水稀释至 1 000 mL;
- o) 淀粉-碘化钾试纸;
- p) 皂液:中性皂片 5 g,无水碳酸钠 3 g,溶于 1 000 mL 水中。

5.3.3 测定步骤

5.3.3.1 打底液的配制

称取色酚 AS 试样约 7.5 g(精确至 0.001 g),置于 1 000 mL 烧杯中,加入 7.5 mL 乙醇,用玻璃棒调成浆状后,加入 3.5 mL 氢氧化钠溶液,加入 10 mL 水,充分搅拌加热至透明,冷却至室温后加入 3.5 mL 甲醛溶液,然后用土耳其红油碱溶液稀释至 1 000 mL,搅拌均匀并缓缓加热至 40 ℃,保持此温度备用。

5.3.3.2 打底操作

浴比 1:40。

将五绞质量各为 5 g 的棉纱(或棉布)依次浸入打底液中,勤加翻动,保持打底温度 38 ℃~42 ℃,打底操作 30 min,将棉纱取出均匀绞干,使含湿率为 90 %~100 %(若为棉布则取出后在轧染机上均匀轧过,并使含湿率为 90 %~100 %,但在轧染前应预先用色酚 AS 碱溶液将轧辊冲洗一遍),然后迅速显色。

5.3.3.3 显色液配制

称取红色基 B 标准样品和试样各 1.0 g(潮品试样 1.2 g)(精确至 0.000 1 g),分别置于 500 mL 烧杯中,加入 2 mL 匀染剂 O 溶液,调成浆状,加入 100 mL 水,充分搅拌使之全部溶解,置于冰水浴中冷却,保持 5 ℃~10 ℃,在不断搅拌下加入 5.0 mL 亚硝酸钠溶液,加 2.0 mL 盐酸,重氮化 30 min,重氮化后溶液用淀粉-碘化钾试纸试验应呈微蓝色,加 10 mL 乙酸钠溶液,然后分别移入 500 mL 容量瓶中以冷却至 5 ℃~10 ℃的水稀释至刻度,摇匀备用。

5.3.3.4 显色操作

于五个 300 mL 染缸中,按表 2 规定配制显色液。

表 2 显色液的配制

单位为毫升

染浴组分	染缸编号				
	1	2	3	4	5
1 g/500 mL 标准品重氮溶液	38	40	42	—	—
1 g/500 mL 样品重氮溶液	—	—	—	38	40
200 g/L 乙酸钠溶液	5	5	5	5	5
100 g/L 氯化钠溶液	20	20	20	20	20
100 g/L 乙酸溶液	5	5	5	5	5
冰水	132	130	128	132	130
总体积	200	200	200	200	200

浴比 1:40,显色液 pH 值为 4.6~4.8,保持显色液温度为 5 ℃~10 ℃,将打底后的棉纱(或棉布)依次浸入显色液中,勤加翻动,显色 30 min 取出,用冷水洗净、绞干。

5.3.4 后处理

将上述显色后的纤维于皂液中煮沸,浴比为 1:20,15 min 后取出,用 60 ℃~70 ℃热水洗涤两次,再用冷水洗净、绞干,在 60 ℃~70 ℃烘箱中烘干或晾干。

5.3.5 染色的色光和强度的评定

按 GB/T 2374—2007 中第 7 章的有关规定进行。

5.4 红色基 B 的氨基值测定

5.4.1 测定原理

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在低温及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。

5.4.2 试剂和溶液

- 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；
- 盐酸溶液：盐酸与水的体积比=1:1；
- 溴化钾溶液：100 g/L；
- 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.3 测定步骤

称取红色基 B 干品试样约 1.5 g(潮品试样约 1.8 g)(精确至 0.000 1 g)，置于 500 mL 烧杯中，加入 40 mL 盐酸溶液、200 mL 水，必要时可稍微加热以保证样品全溶。加入 20 mL 溴化钾溶液，以冰水稀释至总体积为 300 mL。冷却至 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，在搅拌下用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时将滴定管尖端插入液面下，近终点时，将滴定管提出液面，用少量水将尖端洗涤，再逐滴加入，以淀粉-碘化钾试纸检验终点。用玻璃棒蘸取一滴被滴定溶液，在淀粉-碘化钾试纸上呈微蓝色，并保持 5 min 后用同样方法检验，仍呈微蓝色，即为终点。同时做空白试验。

5.4.4 结果计算

红色基 B 的氨基值以质量分数 w_1 计，数值用 % 表示，按式(1)计算：

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

式中：

- c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
 V_1 ——滴定试样所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升(mL)；
 V_0 ——空白试验所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升(mL)；
 M ——红色基 B 的摩尔质量数值，单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3)=168.15$]；
 m ——红色基 B 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。

5.4.5 允许差

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。

5.5 红色基 B 的纯度测定(HPLC)

5.5.1 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与醋酸铵缓冲盐水溶液为流动相，分离红色基 B 及各有机杂质组分，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法测定红色基 B 的纯度。

5.5.2 仪器与试剂

- 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；
- 甲醇：色谱纯；
- 缓冲盐水溶液：1.0 g/L 醋酸铵，5.8 g/L 四丁基溴化铵，磷酸调 pH=3~4；
- 分析天平(感量：0.1 mg)；
- 进样器：微量注射器或自动进样器。

5.5.3 色谱操作条件

- 色谱柱:长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 ODS C₁₈,粒径 5 μm;
- 流动相:甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=30:70;
- 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。

5.5.4 试样溶液的配制

称取红色基 B 试样约 20 mg(潮品试样约 24 mg)(精确至 0.1 mg),置于 25 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,盖紧瓶塞,于超声波发生器中振荡、充分溶解,为试样溶液。

5.5.5 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。

5.5.6 结果计算

红色基 B 的纯度以 w_2 计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_1 ——红色基 B 的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值的总和。

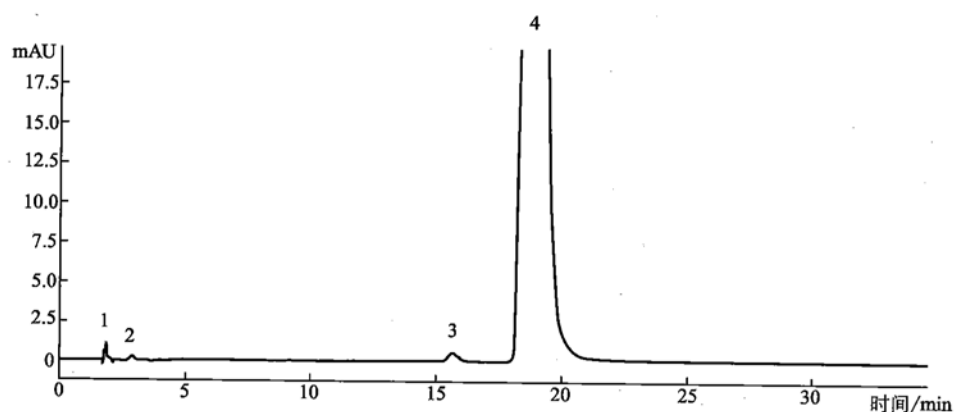
计算结果表示到小数点后两位。

5.5.7 允许差

红色基 B 两次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。

5.5.8 色谱图

见图 1。



- 1——溶剂;
- 2——未知物;
- 3——大红色基 RC;
- 4——红色基 B。

图 1 红色基 B 液相色谱示意图

5.6 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384—2007 的有关规定进行。烘干温度为 70℃~80℃。

5.7 盐酸不溶物含量的测定

按 GB/T 2381—2006 中有关“色基”的规定进行。

5.8 水分含量的测定

按 GB/T 2386—2006 的 3.2“烘干法”规定进行测定。称取试样质量为 2.0 g~2.5 g(精确至 0.000 1 g),烘干温度为 70℃~80℃。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

红色基 B 应经生产厂质检部门检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的红色基 B 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,潮品应重新取样和检验,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、运输和贮存

7.1 标志、标签

7.1.1 标志

红色基 B 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(如适用);
- 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

红色基 B 装于内衬塑料袋的铁桶中。每桶净含量 25 kg±0.2 kg 或 50 kg±0.2 kg,其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

红色基 B 运输时避免强烈震荡,搬运时应小心轻放,应防火、防晒、防雨。切勿损坏包装。

7.4 贮存

红色基 B 应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内。

中华人民共和国

化工行业标准

红色基 B(2-甲氧基-4-硝基苯胺)

HG/T 3415—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 1/2 字数 13 千字

2011 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·0929

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