

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

G 56

备案号: 30215—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4163—2010

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐

Aniline-2,5-disulfonic acid monosodium salt

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。

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 为规范性附录。

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：河北建新化工股份有限公司、深圳泛胜塑胶助剂有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：于建才、阎龙、梁沛基、刘凤旭、吴九英。

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐

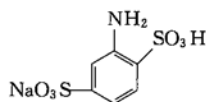
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的产品质量控制。

结构式:



分子式: $\text{C}_6\text{H}_6\text{NNaO}_6\text{S}_2$

相对分子质量: 275.23(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 24605-36-5

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 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

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的质量要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	潮品
(1)外观	白色粉末	白色粉末	白色结晶
(2)苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的质量分数(总氨基值)/% \geq	98.00	95.00	90.00
(3)苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的纯度(HPLC)/% \geq	98.00		
(4)对氨基苯磺酸的质量分数(HPLC)/% \leq	0.30		
(5)间氨基苯磺酸的质量分数(HPLC)/% \leq	0.20		
(6)苯胺-2,4,5-三磺酸的质量分数(HPLC)/% \leq	1.50		
(7)水分的质量分数/% \leq	0.50	2.00	7.00
(8)水不溶物的质量分数/% \leq	0.10	0.10	0.10
(9)氯化物及硫酸盐总量的质量分数/% \leq	2.00	4.00	5.00

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。潮品从每批产品的 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 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 苯胺-2,5-双磺酸单钠盐总氨基值的测定

5.3.1 测定原理

采用重氮化法。在低温及过量无机酸存在下,苯胺-2,5-双磺酸单钠盐与亚硝酸钠定量进行重氮化反应,测定苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的总氨基值。

5.3.2 试剂和溶液

- 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:1;
- 碳酸钠溶液:100 g/L;
- 亚硝酸钠标准滴定溶液:[$c(\text{NaNO}_2)=0.1 \text{ mol/L}$],终点判定用淀粉-碘化钾试纸;

d) 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 500 mL 烧杯中,加 10 mL 碳酸钠溶液溶解,加 30 mL 盐酸溶液及 200 mL 水,冷却至 15 ℃以下。将滴定管尖端插入溶液中,在不断搅拌下,迅速一次性加入预计量 95 %左右的亚硝酸钠标准滴定溶液,搅拌 1 min~2 min,将滴定管提出液面并用少量水冲洗滴定管尖端,继续用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定至淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色,保持 3 min 不变即为终点。

在同一条件下做一空白试验。

5.3.4 结果计算

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的总氨基值以质量分数 w_1 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的准确浓度数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

M ——苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(C_6H_5NNaO_6S_2) = 275.23$];

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.5 允许差

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐总氨基值两次平行测定结果之差应不大于 0.30 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 苯胺-2,5-双磺酸单钠盐纯度及有机杂质含量的测定(HPLC)

5.4.1 测定原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇和缓冲盐水溶液(内含 4 g/L 四丁基溴化铵和 1 g/L 磷酸二氢钾)为流动相,分离苯胺-2,5-双磺酸单钠盐及有机杂质,经紫外检测器(254 nm)检测,用峰面积归一化法计算苯胺-2,5-双磺酸单钠盐纯度及有机杂质含量。

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} ODS 5 μm ;

c) 色谱工作站或积分仪;

d) 平头微量注射器:25 μL ;

e) 分析天平:感量 ± 0.1 mg;

f) 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

a) 甲醇:色谱纯;

b) 水:经 0.45 μm 滤膜过滤;

c) 缓冲盐水溶液:4 g/L 四丁基溴化铵和 1 g/L 磷酸二氢钾。

5.4.4 色谱分析条件

a) 流动相:甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=40:60;

b) 波长:254 nm;

c) 流量:0.8 mL/min;

d) 进样量:10 μL 。

e) 柱温:室温。

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 试样溶液的制备

称取试样约 40 mg(精确至 1 mg)于 25 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,于超声波发生器中振荡溶解备用。

5.4.6 测定步骤

待仪器运行稳定后,用微量注射器吸取试样溶液注入进样阀,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。

5.4.7 结果计算

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐纯度及有机杂质的含量以 w_i 计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad (2)$$

式中:

A_i ——苯胺-2,5-双磺酸单钠盐及其有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和。

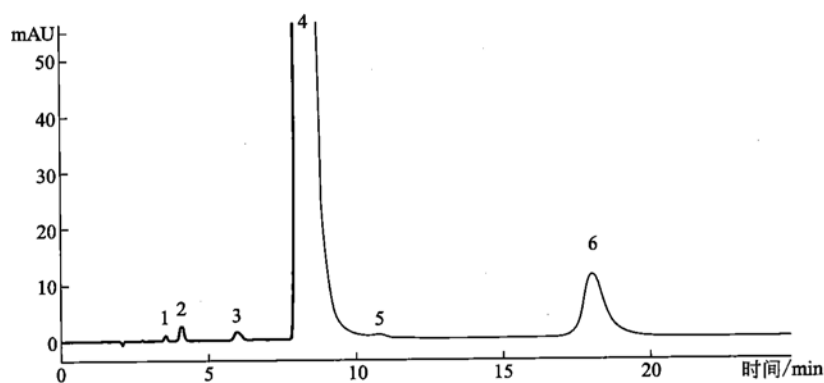
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.8 允许差

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐纯度两次平行测定结果之差应不大于 0.20 %,有机杂质含量的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。

5.4.9 色谱图

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐的液相色谱图见图 1。



- 1——对氨基苯磺酸;
- 2——间氨基苯磺酸;
- 3,5——未知物;
- 4——苯胺-2,5-双磺酸单钠盐;
- 6——苯胺-2,4,5-三磺酸。

图 1 苯胺-2,5-双磺酸单钠盐液相色谱示意图

5.5 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.2“烘干法”进行。烘干温度 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$,称样量 3 g~5 g。

水分含量两次平行测定结果之差应不大于 0.20 %(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水不溶物含量的测定

5.6.1 设备和材料

G₄ 玻璃坩埚式过滤器。

5.6.2 测定步骤

称取试样约 20 g(精确至 0.1 g),置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,搅拌至试样全部溶解后,用在 110 °C 干燥并恒重的 G₄ 玻璃坩埚式过滤器过滤,用水多次洗涤 G₄ 玻璃坩埚式过滤器,然后将 G₄ 玻璃坩埚式过滤器和不溶残渣在 110 °C 烘箱中烘至恒重。

5.6.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_2 计,数值用 % 表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m_3} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

式中:

m_2 ——烘干后 G₄ 玻璃坩埚式过滤器和不溶性残渣总质量数值,单位为克(g);

m_1 ——烘至恒重的 G₄ 玻璃坩埚式过滤器的质量数值,单位为克(g);

m_3 ——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。

5.6.4 允许差

水不溶物含量两次平行测定结果之差应不大于 0.02 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.7 氯化物及硫酸盐总量的测定

5.7.1 氯化物(以 NaCl 计)含量的测定

5.7.1.1 测定原理

采用返滴定法测定 Cl⁻。即加入过量硝酸银溶液,将 Cl⁻ 生成氯化银沉淀后,再用硫氰酸铵返滴剩余的 Ag⁺。待硫氰酸银(AgSCN)沉淀完全,稍过量的 SCN⁻ 与 Fe³⁺ 反应生成红色络离子,指示已到达滴定终点。

5.7.1.2 试剂

a) 硝酸溶液:硝酸与水的体积比=1:1;

b) 硝酸银溶液:0.1 mol/L;

c) 硫酸铁铵溶液:称取 14 g 硫酸铁铵于 100 mL 水中搅拌溶解,过滤,加 10 mL 硝酸溶液,贮存于棕色瓶中;

d) 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1 \text{ mol/L}$;

e) 平平加 O 溶液:10 g/L。

5.7.1.3 测定步骤

称取苯胺-2,5-双磺酸单钠盐试样 1 g(精确至 0.000 1 g)于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解,加 2 mL 硝酸溶液和 5 mL 硝酸银溶液,加 5 mL 平平加 O 溶液后剧烈摇动锥形瓶至氯化银凝结,加入 1 mL 硫酸铁铵溶液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定过量的硝酸银至砖红色即为终点。

同时以同样方法做空白实验。

5.7.1.4 结果计算:

氯化物(以 NaCl 计)含量以质量分数 w_3 计,数值用 % 表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{c_1[(V_1 - V_2)/1\,000]M_1}{m_4} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中:

c_1 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的准确浓度数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——空白耗用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样耗用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

M_1 ——氯化钠的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{NaCl})=58.4$];

m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.7.1.5 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.10 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.7.2 硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)含量的测定

5.7.2.1 试剂

a) 氯化钡标准滴定溶液: $c(1/2\text{BaCl}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ (配制方法见附录 A);

b) 氢氧化钠溶液: 2 g/L;

c) 盐酸溶液: 盐酸与水的体积比 = 1 : 1999;

d) 酚酞指示液: 10 g/L;

e) 玫瑰红酸钠指示液: 称取 0.1 g 玫瑰红酸钠,溶于 10 mL 水中(现用现配)。

5.7.2.2 测定步骤

称取苯胺-2,5-双磺酸单钠盐试样 0.5 g (精确至 0.000 1 g) 于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,加 1 滴酚酞指示液,滴加氢氧化钠溶液呈粉红色,然后加盐酸溶液至粉红色消失,摇匀,溶解后在不断搅拌下用氯化钡标准滴定溶液滴定,以玫瑰红酸钠指示液指示终点,反应液与指示液在滤纸上交汇处呈现玫瑰红色斑点,2 min 后用同样方法检验仍不褪色即为终点。

同时以同样方法做空白实验。

5.7.2.3 结果计算

硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的含量以质量分数 w_4 计,数值用 % 表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{c_2[(V_3 - V_4)/1000](M_2/2)}{m_5} \times 100 \quad (5)$$

式中:

c_2 ——氯化钡标准滴定溶液的准确浓度数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——试样耗用氯化钡标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白耗用氯化钡标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

M_2 ——硫酸钠的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{Na}_2\text{SO}_4)=142.04$];

m_5 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.7.2.4 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.20 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.7.3 氯化物及硫酸盐总量的计算

氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的总量以质量分数 w_5 计,数值用 % 表示,按式(6)计算:

$$w_5 = w_3 + w_4 \quad (6)$$

式中:

w_3 ——氯化物(以 NaCl 计)的质量分数,以 % 表示;

w_4 ——硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的质量分数,以 % 表示。

计算结果表示到小数点后两位。

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

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐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苯胺-2,5-双磺酸单钠盐均符合本标准的要求。

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

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐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

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐用内衬塑料袋的三合板桶或编织袋包装,每袋净含量 $50\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋,切勿损坏包装。

7.4 贮存

苯胺-2,5-双磺酸单钠盐应贮存于阴凉、干燥、通风处,防止受潮、受热。

附 录 A (规范性附录)

氯化钡标准滴定溶液的配制方法

A.1 试剂

A.1.1 氯化钡;

A.1.2 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制与标定;

A.1.3 氨水;

A.1.4 玫瑰红酸钠指示液:称取 0.1 g 玫瑰红酸钠,溶于 10 mL 水中,现用现配;

A.1.5 广泛 pH 试纸。

A.2 配制

称取 12.25 g 氯化钡,溶于 500 mL 水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

A.3 标定方法

吸取 20 mL 硫酸标准滴定溶液,加 50 mL 水,并用氨水中和到广泛 pH 试纸为 8,然后用氯化钡标准滴定溶液滴定,以玫瑰红酸钠指示液作外指示液,反应液与指示液在滤纸上交汇处呈现玫瑰红色斑点且保持 2 min 不褪为终点。

A.4 结果计算

氯化钡标准滴定溶液浓度以 $c(1/2\text{BaCl}_2)$ 计,单位以摩尔每升(mol/L)表示,按式(A.1)计算:

$$c\left(\frac{1}{2}\text{BaCl}_2\right)=\frac{c_1V_1}{V_2} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

c_1 ——硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——硫酸标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——氯化钡标准滴定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 4 位。

中华人民共和国
化工行业标准
苯胺-2,5-双磺酸单钠盐

HG/T 4163—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:155025·0944

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