

ICS 71.100.01;87.060.10  
G 57  
备案号:27300—2010

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3416—2009  
代替 HG/T 3416—2001

## 大红色基 G(2-甲基-5-硝基苯胺)

Scarlet base G(2-Methyl-5-nitroaniline)

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 3416—2001《大红色基 G》。

本标准与 HG/T 3416—2001 相比主要变化如下：

- 将标准名称修改为大红色基 G(2-甲基-5-硝基苯胺)；
- 将检验项目“干品氨基化合物含量(折算成色基)”修改为“大红色基 G 的质量分数(氨基值)”(2001 年版的 3, 本版的 3)；
- 将大红色基 G(2-甲基-5-硝基苯胺)氨基值的测定中的亚硝酸钠的浓度修改为 0.5 mol/L, 试样的称取量修改为 2 g~2.5 g(2001 年版的 5.3, 本版的 5.4)；
- 将“在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的色光”和“在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的强度”两项指标项目进行检验分类(2001 年版的 6.1, 本版的 6.1)；
- 增加气相色谱法测定大红色基 G(2-甲基-5-硝基苯胺)含量的控制项目、技术指标和测定方法(本版的 5.5)。

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：青岛双桃精细化工(集团)有限公司、沈阳化工研究院。

本标准主要起草人：徐学峰、蒲爱军。

本标准 1965 年首次发布为化工部颁标准 HG 2-199—1965, 1980 年复审确认为 HG 2-199—1980, 1985 年复审并调整为专业标准 ZB G 57 003—1985, 1999 年调整为推荐性化工行业标准 HG/T 3416—1985, 2001 年修订为 HG/T 3416—2001。

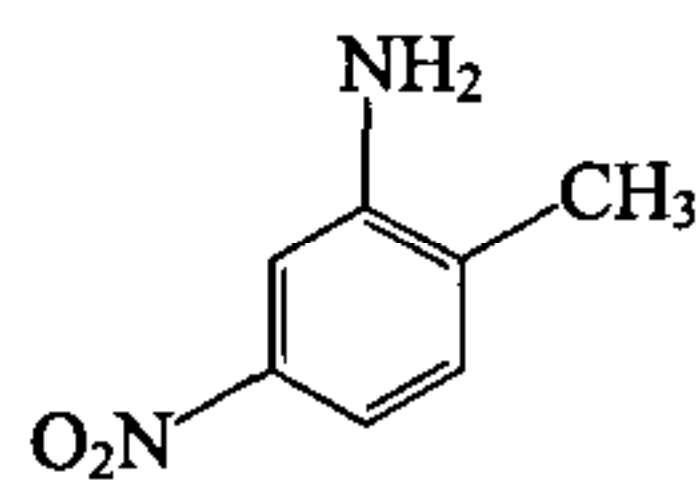
# 大红色基 G(2-甲基-5-硝基苯胺)

## 1 范围

本标准规定了大红色基 G(2-甲基-5-硝基苯胺)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。

本标准适用于大红色基 G 的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_7H_8N_2O_2$

相对分子质量：152.15(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN:99-55-8

## 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 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

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—2006 染料及染料中间体 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—1992 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

## 3 要求

大红色基 G 的质量应符合表 1 的规定。

## 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 200 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，一个保存备查。



表 1 大红色基 G 的质量要求

项 目	指 标
1. 外观	金黄色均匀粉末
2. 在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的色光(与标准品)	近似~微
3. 在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的强度(为标准品)/分	100
4. 大红色基 G 的质量分数/%(氨基值) ≥	87.00
5. 大红色基 G 的纯度(GC)/% ≥	99.00
6. 干品初熔点/℃ ≥	104.0
7. 盐酸不溶物的质量分数/% ≤	0.20
8. 水分的质量分数/% ≤	12.0
注:用于有机颜料合成的大红色基 G 不测色光及强度。	

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、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 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 方法原理

将大红色基 G 试样和标准品的重氮盐溶液,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

- a) 色酚 AS:工业品;
- b) 大红色基 G:标准品;
- c) 乙醇:95 %(体积分数);
- d) 无水碳酸钠;
- e) 盐酸;
- f) 亚硝酸钠溶液:100 g/L;
- g) 氢氧化钠溶液:350 g/L;
- h) 乙酸钠溶液:200 g/L;
- i) 氯化钠溶液:100 g/L;
- j) 冰醋酸溶液:100 g/L;
- k) 甲醛溶液:350 g/L;
- l) 皂液:称中性皂片 5 g,无水碳酸钠 3 g,溶于 1000 mL 水中;
- m) 土耳其红油:工业品,40 %(质量分数);
- n) 土耳其红油碱溶液:10 mL 土耳其红油,加入 10 mL 氢氧化钠溶液,用水稀释至 1 000 mL。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 打底液的配制

称取色酚 AS 约 10 g(精确至 0.001 g),置于 1 000 mL 烧杯中,加入 10 mL 乙醇,用玻璃棒调成浆状后,加入 5 mL 氢氧化钠溶液,加入 15 mL 水,待溶液澄清后,加 2 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 38℃~42℃,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 70 %~80 %(若为棉布则取出后在轧染机上均匀轧过,并使含湿率为 70 %~80 %,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

称取于 50℃~60℃烘干至恒重的大红色基 G 标准品和试样各 1.25 g(精确至 0.001 g)分别置于 250 mL 烧杯中,加 2.5 mL 盐酸调成浆状,加入 20 mL 沸水,充分搅拌使之全部溶解(必要时可在水浴上加热),加 100 mL 水,置于冰水浴中冷却,保持 5℃~10℃,在不断搅拌下加入 6.5 mL 亚硝酸钠溶液,重氮化 20 min 后溶液用碘化钾-淀粉试纸试验应呈微蓝色,加 6 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
1.25 g/500 mL 标准品溶液的体积	38	40	42	—	—
1.25 g/500 mL 试样溶液的体积	—	—	—	38	40
200 g/L 乙酸钠溶液的体积	10	10	10	10	10
100 g/L 氯化钠溶液的体积	30	30	30	30	30
100 g/L 乙酸溶液的体积	8	8	8	8	8
冰水的体积	114	112	110	114	112
总体积	200	200	200	200	200

浴比 1 : 40,显色液 pH 值 3.5~4.0。

显色液温度保持在 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 10 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浴比为 1 : 20 的皂液中煮沸,15 min 后取出,用 60℃~70℃热水洗涤两次,再用冷水洗净、绞干,在 50℃~70℃烘箱中烘干或晾干。

5.3.5 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 大红色基 G 含量(氨基值)的测定

5.4.1 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

- a) 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1 : 1;
- b) 溴化钾溶液:100 g/L;
- c) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.5\text{ mol/L}$ ,标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点;
- d) 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.3 分析步骤

称取大红色基 G 试样约 2 g~2.5 g(精确至 0.000 1 g)置于 400 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约为 300 mL。冷却至 0℃~5℃,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

大红色基 G(氨基值)以质量分数  $w_1$  计,数值用%表示,按式(1)计算:

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

式中:

- $V_1$ ——滴定所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值,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的数值,单位为毫升(mL);
- $c$ ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $M$ ——大红色基 G 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=152.2$ );
- $m$ ——大红色基 G 试样的质量的数值,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 0.3%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.5 大红色基 G 纯度的测定(GC)

5.5.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法,分离大红色基 G 及其有机杂质,用氢火焰离子化检测器检测,大红色基 G 的纯度采用峰面积归一化法定量。

5.5.2 仪器设备

- a) 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定;
- b) 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);
- c) 色谱柱:内径 0.32 mm、长 30 m、膜厚 0.25 μm 的毛细管柱;
- d) 固定相:100%二甲基聚硅氧烷,如 HP-1;
- e) 微量注射器:10 μL;
- f) 色谱工作站或积分仪。

5.5.3 试剂

甲醇。

5.5.4 色谱分析条件

色谱操作条件如表 3 所示。

表 3 色谱操作条件

载 气	氮 气
载气压力/kPa	60
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	300
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300
补偿气(氮气)流量/(mL/min)	20
分流比	20 : 1
柱温/℃	180

可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。

5.5.5 大红色基 G 试样溶液的配制

称取约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)大红色基 G 试样于 25 mL 容量瓶中,加入甲醇溶解并定容。

5.5.6 分析步骤

开启色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,进试样溶液 2.0 μL,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.5.7 结果计算

大红色基 G 的纯度以  $w_2$  计,数值用%表示,按式(2)计算:

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

式中:

A——大红色基 G 的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——大红色基 G 及各有机杂质的峰面积数值之和。

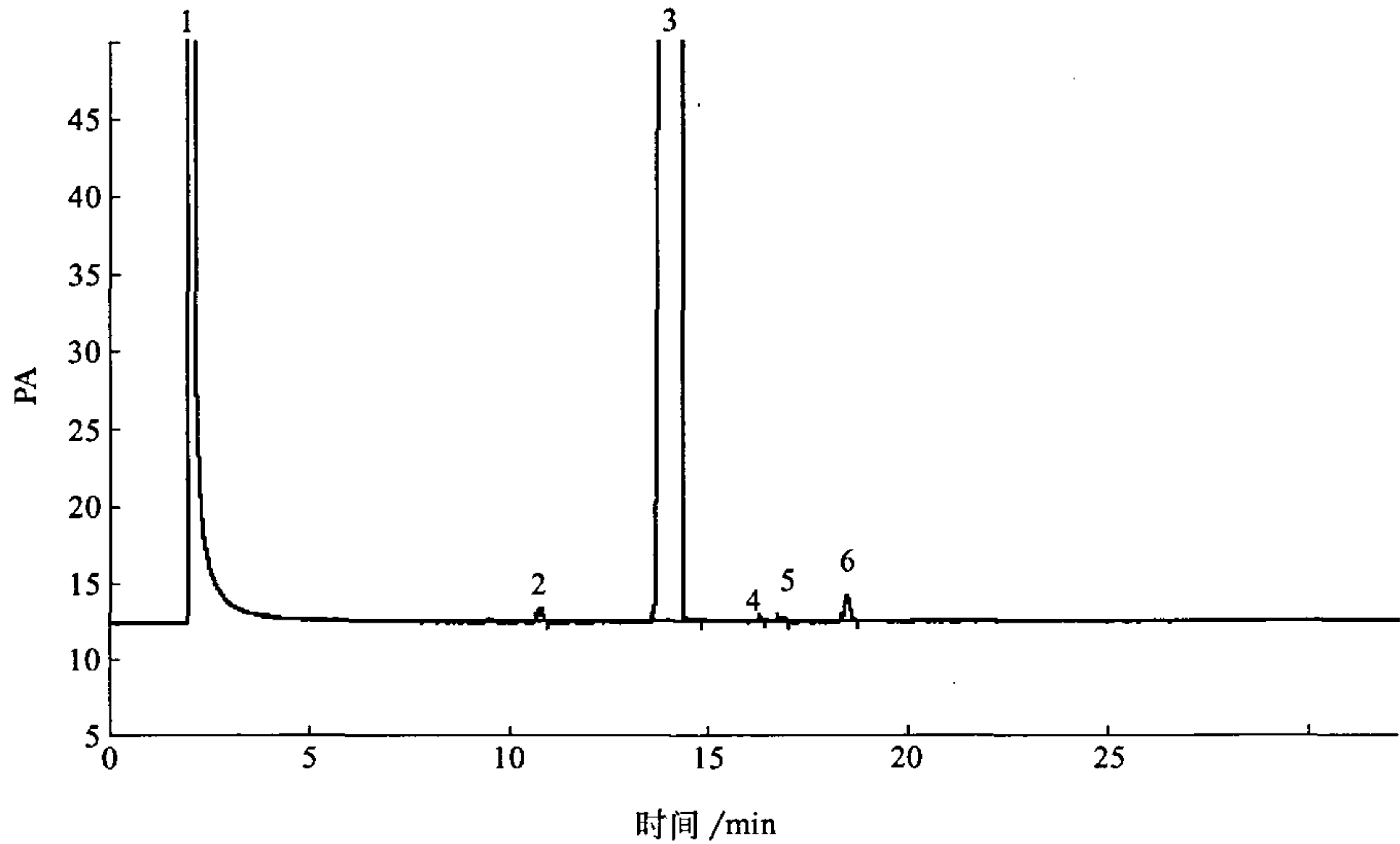
计算结果表示到小数点后两位。

5.5.8 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.2 %,取其算术平均值作为测定结果。

5.5.9 色谱图

见图 1。



- 1——溶剂(甲醇);
- 2——未知物;
- 3——大红色基 G;
- 4——未知物;
- 5——未知物;
- 6——未知物。

图 1 大红色基 G 色谱示意图

5.6 干品初熔点测定

取本标准 5.8 试验后的试样,按 GB/T 2384—2006 的规定进行测定。

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 水分的测定

称样量约 2 g(精确至 0.000 1 g),烘干温度为 50 ℃~60 ℃,其他按 GB/T 2386—2006 中的 3.2“烘

干法”进行测定。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

本标准第3章表1中规定的项目中,用于有机颜料合成的大红色基G不检测第2项、第3项,其他均为出厂检验项目。

### 6.2 出厂检验

大红色基G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大红色基G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、运输和贮存

### 7.1 标志、标签

大红色基G的每个包装容器上都应涂上牢固、清晰的标志,注明:产品名称、规格和等级、注册商标、产品生产许可证编号及标志(如适用)、净含量、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放入包装容器内的塑料袋外面。

### 7.2 包装

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

### 7.3 运输

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

大红色基G应贮存于通风干燥处,防止受热、受潮和破损。

---



中华人民共和国  
化工行业标准  
大红色基 G(2-甲基-5-硝基苯胺)

HG/T 3416—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 13 千字

2010 年 6 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·0761

---

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。

---

版权所有 违者必究