

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:30212—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3678—2010

代替 HG/T 3678—2000

对氨基苯磺酸

p-Sulfanilic 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 3678—2000《对氨基苯磺酸》。

标准与 HG/T 3678—2000 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了 CAS RN(见 1)；

——对采样进行了规范(见 4,2000 年版的 4)；

——苯胺含量的测定方法由原标准的化学法修改为气相色谱法(见 5.4,2000 年版的 5.3)。

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：沈日炯、杨杰民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG/T 3678—2000。

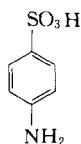
对氨基苯磺酸

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

本标准规定了对氨基苯磺酸的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输及贮存。本标准适用于对氨基苯磺酸的产品质量控制。

结构式:



分子式: $\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$

相对分子质量: 173.19 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 121-57-3

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 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

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

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

对氨基苯磺酸的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 对氨基苯磺酸的质量要求

项 目	指 标
(1) 外观	白色至灰白色粉末
(2) 对氨基苯磺酸的质量分数(总氨基值)/%	≥ 99.00
(3) 苯胺的质量分数/%	≤ 0.02
(4) 水不溶物的质量分数/%	≤ 0.10
(5) 碳酸钠溶液中的溶解状态	透明

4 采样

以批为单位采样。采样单元数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。所取产品的包装必须完好,取样时勿使外界杂质混入产品中,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。将采取的样品仔细混合均匀后,分装于两个清洁干燥的磨口瓶中,用石蜡密封,瓶上粘贴标签,注明产品名称、批号、生产厂名称、采样日期。一瓶供检验,另一瓶保存备查。

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 对氨基苯磺酸总氨基值的测定

5.3.1 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的存在下和亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

5.3.2 试剂和材料

- 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;
- 盐酸溶液: 盐酸与水的体积比 = 1 : 1;
- 溴化钾溶液: 100 g/L;
- 碳酸钠溶液: 60 g/L;
- 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

称取对氨基苯磺酸试样 0.5 g(精确至 0.000 2 g),置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 水、10 mL 碳酸钠溶液,加热使其完全溶解。冷至室温,加入 20 mL 盐酸溶液,加水至总体积为 300 mL,加入 10 mL 溴化钾溶液,冷却至 10 °C ~ 15 °C。在搅拌下以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,近终点时再把滴定管提出,继续滴定并用淀粉-碘化钾试纸试验,当试液点在试纸上呈微蓝色并保持 3 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

对氨基苯磺酸总氨基值以质量分数 w_1 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的实际浓度数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——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 ——空白试验耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

M ——对氨基苯磺酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) $[M(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}_3\text{S})=173.19]$;

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

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 苯胺含量的测定

5.4.1 测定原理

将对氨基苯磺酸样品用碳酸钠溶液溶解后再用乙酸乙酯萃取, 萃取液采用气相色谱法, 经毛细管色谱柱分离, 氢火焰离子化检测器检测, 用峰面积外标法定量。

5.4.2 试剂

- a) 乙酸乙酯;
- b) 苯胺标准品: 含量 $\geq 99.0\%$;
- c) 碳酸钠溶液: 100 g/L。

5.4.3 仪器

- a) 气相色谱仪: 仪器灵敏度应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 的规定, 稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.4.2 的规定;
- b) 检测器: 氢火焰离子化检测器 (FID);
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 微量注射器: $1.0\ \mu\text{L} \sim 10.0\ \mu\text{L}$;
- e) 色谱柱: 长 30 m, 内径 0.32 mm, 膜厚 0.25 μm ;
- f) 固定相: (5 % 苯基) 甲基聚硅氧烷, 如 DB-5 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱;
- g) 超声波发生器;
- h) 分析天平: 感量 $\pm 0.1\ \text{mg}$ 。

5.4.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示。

可根据不同仪器设备, 选择最佳操作条件。

表 2 色谱操作条件

控制参数		操作条件
载气		氮气
载气压力/kPa		50
程序升温	初始柱温/℃	40
	保持时间/min	2
	升温速度/(℃/min)	10
	终止柱温/℃	150
	保持时间/min	2
检测器温度/℃		300
汽化室温度/℃		250
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		10 : 1

5.4.5 苯胺标准溶液的制备

称取苯胺标准品约 25 mg(精确至 0.1 mg)于 25 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度。此为标准溶液 A,浓度为 1 mg/mL。

按表 3 分别吸取标准溶液 A,配制成系列标准溶液 1、2、3、4、5 号,用乙酸乙酯稀释至 10 mL,备用。

表 3 苯胺系列标准溶液的配制

项 目	苯胺标准溶液系列号及体积				
标准溶液	1	2	3	4	5
加入标准溶液 A 的体积/mL	0.25	0.50	0.75	1.00	1.25
乙酸乙酯稀释至体积/mL	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
系列标准溶液浓度/(mg/mL)	0.025	0.050	0.075	0.100	0.125

5.4.6 试样溶液的制备

称取对氨基苯磺酸试样约 5 g(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 比色管中,加 40 mL 碳酸钠溶液使之溶解,再加 10.0 mL 乙酸乙酯振荡混合均匀,于超声波发生器中超声萃取 30 min 后,取出比色管静止放置 30 min。待样品溶液分层后,取上层溶液进行气相色谱分析。

5.4.7 测定步骤

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适合的苯胺系列标准溶液和试样萃取后的上层溶液 1.0 μ L 进样。待出峰完毕后(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.8 结果计算

苯胺含量以质量分数 w_2 计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_i m_s w_s}{A_s m_i \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_i ——试样中苯胺的峰面积数值;

m_s ——适宜的苯胺标准样品的质量数值,单位为毫克(mg);

w_s ——苯胺标准样品的质量分数,以 % 表示;

A_s ——苯胺标准样品的峰面积数值;

m_i ——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。

5.4.9 允许差

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。

5.4.10 色谱图

色谱图见图 1。

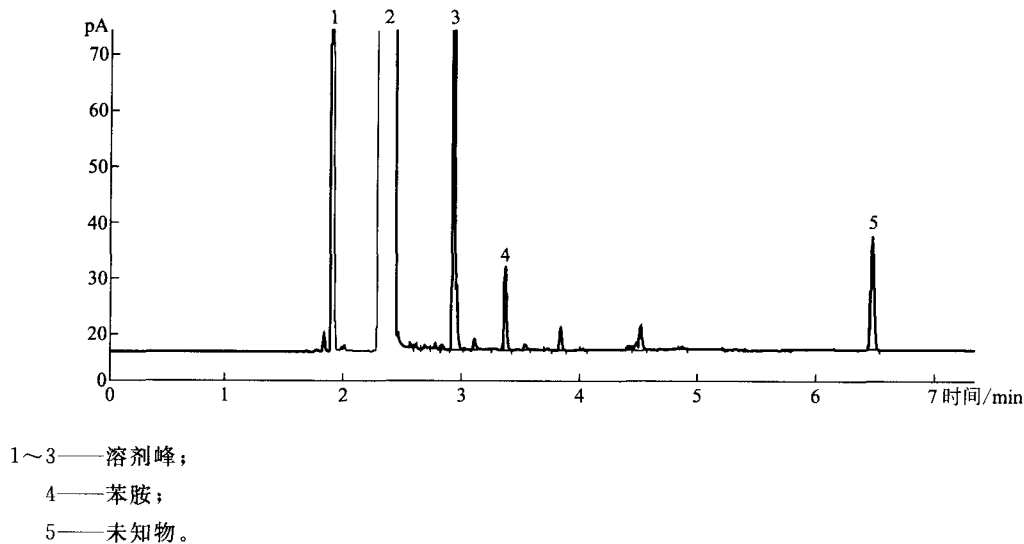


图 1 对氨基苯磺酸中苯胺的气相色谱示意图

5.5 水不溶物含量的测定

5.5.1 试剂和仪器

- a) 碳酸钠溶液:60 g/L;
- b) G₃ 玻璃坩埚式过滤器。

5.5.2 测定步骤

称取对氨基苯磺酸试样约 10 g(精确至 0.002 g),置于 500 mL 烧杯中,加 200 mL 水,用碳酸钠溶液调 pH 值至 7.0~7.5。加热至沸使其全部溶解后,用在 120℃ 已恒重的 G₃ 玻璃坩埚式过滤器过滤,并用温水冲洗,将 G₃ 玻璃坩埚式过滤器及残渣在 120℃ 烘箱中烘至恒重。其他按 GB/T 2381—2006 的规定进行。

5.6 对氨基苯磺酸在碳酸钠溶液中溶解状态的测定

5.6.1 试剂

碳酸钠溶液:60 g/L。

5.6.2 测定步骤

称取对氨基苯磺酸试样 2 g(精确至 0.01 g)置于烧杯中,加 100 mL 水、10 mL 碳酸钠溶液,使之溶解,溶液应呈透明状态。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准 3 的表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

对氨基苯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对氨基苯磺酸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,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

对氨基苯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。

7.2 包装

对氨基苯磺酸用内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量 $25\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$ 。

7.3 运输

运输时应避免碰撞和雨淋。

7.4 贮存

产品应贮存于干燥、通风处,防止受潮变质。

中华人民共和国
化工行业标准
对氨基苯磺酸

HG/T 3678—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 $\frac{1}{2}$ 字数18千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0941

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