

备案号:10118—2002

HG/T 3415—2001

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3415—1985《红色基 B》修订而成。

本标准与 HG/T 3415—1985 的主要差异:

- 干品氨基化合物含量由大于等于 98%修订为大于等于 99.0%。
- 干品初熔点由大于等于 137℃修订为大于等于 139.0℃。
- 不溶于盐酸的杂质含量由小于等于 1.0%修订为小于等于 0.2%。
- 水分含量由小于等于 2.0%修订为小于等于 1.0%。
- 取消了细度指标。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3415—1985。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:沈阳化工研究院、镇江精细化工有限责任公司。

本标准主要起草人:李春荣、杨杰民、王茂凡。

本标准于 1965 年首次发布为化工部部颁标准 HG/T 2—200—1965,1980 年复审确认,1985 年复审后调整为专业标准 ZB/T G57 001—1985,1999 年 5 月又调整为行业标准,重新编号为 HG/T 3415—1985。

本标准由全国染料标准化技术委员会负责解释。

红色基 B

Red base B

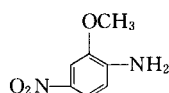
HG/T 3415—2001

代替 HG/T 3415—1985

1 范围

本标准规定了红色基 B(C. I. Azoic Diazo Component 5)的要求、采样、分析步骤、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存等。该产品主要用于棉纺织品的印染显色和制造颜料。

结构式：



分子式： $C_7H_8O_3N_2$

相对分子质量：168.15(按 1997 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB 2374—1994 染料染色测定的一般条件规定

GB/T 2381—1994 染料中不溶物含量的测定方法

GB/T 2384—1992 染料中间体熔点范围测定通用方法

GB/T 2386—1980 染料及染料中间体水分的测定方法

GB/T 6678—1986 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(neq ISO 3696 : 1987)

3 要求

红色基 B 的质量应符合表 1 要求。

表 1 红色基 B 的质量要求

项 目	指 标
外观	黄色均匀粉末
在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的色光(与标准品)	近似~微
在棉纤维上与色酚 AS 偶合生成的强度(为标准品),分	100
干品氨基化合物含量(折算成色基),%	≥ 99.0
干品初熔点,℃	≥ 139.0
不溶于盐酸的杂质含量,%	≤ 0.2
水分含量,%	≤ 1.0

4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。每批采样桶数应符合 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定。所取样品的包装必须完好,取样时勿使外界杂质落入产品中。用探管采取包括上、中、下三部分的样品,采样量不得少于 200 g。将取得的样品仔细混匀,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、生产厂名称、批次、取样日期和地点。一个用于检验,一个保存备查。

5 分析步骤

除另有说明,本标准所用试剂均指分析纯试剂;水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中修约值比较法进行。

5.1 外观的评定

在自然光线下采用目测评定。

5.2 染色色光和强度的测定

一般条件应符合 GB 2374 的有关规定。

5.2.1 方法提要

将红色基 B 标样和试样重氮盐溶液,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等进行目测比较。

5.2.2 试剂和溶液

色酚 AS:工业品。

氢氧化钠溶液:350 g/L。

浓盐酸。

亚硝酸钠溶液:100 g/L。

乙酸钠溶液:200 g/L。

冰乙酸溶液:100 g/L。

氯化钠溶液:100 g/L。

无水碳酸钠。

甲醛溶液:350 g/L。

乙醇:95%。

匀染剂 O 溶液:10 g/L。

皂液:中性皂(含 60%脂肪酸)5 g,碳酸钠 3 g 溶于 1 000 mL 蒸馏水中。

土耳其红油:40%溶液。

土耳其红油碱溶液:土耳其红油 20 mL、氢氧化钠溶液 10 mL,用蒸馏水稀释至 1 L。

5.2.3 测定步骤

5.2.3.1 打底液的配制

称取色酚 AS 试样 7.5 g(精确至 0.001 g),置于 1 000 mL 烧杯中,加乙醇 7.5 mL 调成浆状,加入氢氧化钠溶液 3.5 mL 及水 10 mL,充分搅拌加热至呈透明状态后,冷却至室温,加甲醛溶液 3.5 mL,再用土耳其红油碱溶液稀释至 1 000 mL,保持溶液温度 40℃ 备用。

5.2.3.2 打底操作

将打底液温度调整至 40℃,将五绞各重 5 g 的棉纱(或纱布)按编号顺序浸入打底液(浴比 1:40)中,勤加翻动,保持打底液温度在(40±2)℃,打底 30 min,取出均匀绞干,使含湿率为 90%~100%(若为棉布则取出后应在轧染机上均匀轧干,使含湿率为 90%~100%,但在轧染前应预先用色酚 AS 碱溶液将轧滚冲洗),然后迅速进行显色。

5.2.3.3 显色液的配制

称取红色基 B 标准样品和试样各 1 g(精确至 0.000 1 g),分别置于 500 mL 烧杯中,加匀染剂 O 溶液 2 mL,调成均匀浆状,加入蒸馏水 100 mL,置于冰浴中冷却至 5~10℃,在不断搅拌下分别滴加亚硝酸钠溶液 5 mL,加入盐酸 2 mL,充分搅拌,在 5~10℃进行重氮化反应 30 min,此溶液应使淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色,再加入乙酸钠溶液 10 mL,然后分别移入 500 mL 容量瓶中,以冰冷却至 5~10℃的蒸馏水稀释至刻度,摇匀备用。

5.2.3.4 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 mL

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
蒸馏水(冰水)	132	130	128	132	130
总体积	200	200	200	200	200

棉纱或绵布与显色液的浴比为 1:40,显色液的 pH 值应为 4.6~4.8,显色液温度保持在 5~10℃,将打底后的棉纱(或绵布)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,再于 5 g/L 皂液中煮沸 15 min(浴比为 1:20)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。

5.2.4 色光和强度的评定

按 GB 2374 中规定进行。

5.3 干品氨基化合物含量的测定

5.3.1 方法提要

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 试剂和溶液

亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.25 \text{ mol/L}$ 。按 GB/T 601 的有关规定配制与标定,但终点判断用淀粉-碘化钾试纸。

浓盐酸。

溴化钾溶液:100 g/L。

5.3.3 测定步骤

称取在 70~80℃烘干至恒重的试样约 1.5 g(精确至 0.000 1 g)置于 500 mL 烧杯中,加入盐酸 20 mL 及蒸馏水 300 mL,加热待完全溶解后再加入溴化钾溶液 20 mL,于 10~15℃在不断搅拌下以 0.25 mol/L 亚硝酸钠标准滴定溶液滴定之,滴定时将滴定管尖端插入液面下,近终点时将滴定管提离液面,继续滴定并用淀粉-碘化钾试纸试验,当试液点在试纸上出现浅蓝色并保持 5 min 不消失,即为终点。

在同样条件下做一空白实验。

5.3.4 分析结果的表述

以质量分数(%)表示的氨基化合物含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.1682}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——红色基 B 试样的质量, g;

0.1682——与 1.00 mL 亚硝酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaNO}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的红色基 B 的质量。

干品氨基化合物含量的两次平行测定结果之差不应大于 0.3%。取其算术平均值作为测定结果。

5.4 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384 的规定进行, 试样烘干温度为 70~80℃。

5.5 不溶于盐酸的杂质含量的测定

按 GB/T 2381—1994 中 5.1.4 的规定进行。

5.6 水分含量的测定

按 GB/T 2386—1980 第 2 章烘干法的规定进行, 烘干温度为 70~80℃, 试样质量为 2~2.5 g (精确至 0.000 1 g)。

6 检验规则

6.1 生产厂检验

本标准表 1 所规定的全部项目为出厂检验项目, 红色基 B 应由生产厂的质量检验部门根据本标准的要求进行检验, 生产厂应保证所有出厂的红色基 B 产品均符合本标准的要求。

6.2 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍量的包装中取样进行复验, 重新检验的结果, 即使只有一项指标不符合本标准要求时, 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

红色基 B 的每个包装桶上应涂上牢固、清晰的标志、注明产品名称、规格、注册商标、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, 并和产品质量合格证一起放入包装桶内的塑料袋外面。

7.2 包装

红色基 B 用内衬塑料袋的铁桶包装, 并加密封和封印, 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

产品应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内。