



中华人民共和国国家标准

GB/T 33792—2017

2,4-二氨基苯磺酸钠

2,4-Diaminobenzenesulfonic acid sodium salt

2017-05-31 发布

2017-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位：杭州吉华江东化工有限公司、深圳泛胜塑胶助剂有限公司、国家染料质量监督检验中心、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：朱建龙、杨杰民、梁沛基、陈美芬、吴九英、吕双。

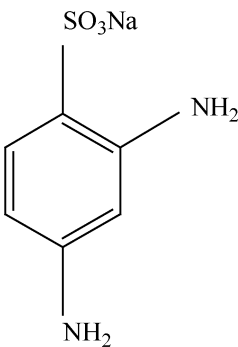
2,4-二氨基苯磺酸钠

1 范围

本标准规定了 2,4-二氨基苯磺酸钠产品的要求、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 2,4-二氨基苯磺酸钠的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_6H_7N_2NaO_3S$

相对分子质量：210.22(按 2013 年国际相对原子质量)

CAS RN：3177-22-8

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- 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 2381 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定
- GB/T 2386—2014 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
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

2,4-二氨基苯磺酸钠的质量应符合表 1 的要求。

表 1 2,4-二氨基苯磺酸钠的质量要求

序号	项 目	指 标	试验方法章条号
1	外观	浅白色或浅棕色结晶体	5.2

表 1 (续)

序号	项 目	指 标	试验方法章条号
2	2,4-二氨基苯磺酸钠的质量分数/%	≥ 80.00	5.3
3	2,4-二氨基苯磺酸钠的纯度/%	≥ 99.00	5.4
4	水分的质量分数/%	≤ 15.00	5.5
5	水不溶物的质量分数/%	≤ 0.20	5.6

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,所采样品的包装应完好,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 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,一个保存备查。

5 试验方法

警示 ——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。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。

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

在自然北昼光下采用目视评定。

5.3 2,4-二氨基苯磺酸钠的质量分数的测定

5.3.1 方法提要

2,4-二氨基苯磺酸钠与芳香族伯胺重氮盐定量地发生偶合反应,反应终点用滤纸上的润圈相交处所显示的颜色来检验。

5.3.2 试剂和溶剂

5.3.2.1 盐酸溶液:盐酸与水的体积比为 1 : 1。

5.3.2.2 盐酸溶液:盐酸与水的体积比为 1 : 4。

5.3.2.3 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。

5.3.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.2.5 工业品对硝基苯胺:含量 $\geq 99\%$ (质量分数)。

5.3.2.6 草酸钠。

5.3.2.7 滤纸：中速定性滤纸。

5.3.2.8 H 酸指示液：称取粉状 H 酸工业品 0.5 g，溶于 100 mL 50 g/L 碳酸钠溶液中。

5.3.3 对硝基苯胺重氮盐 $[c(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_3\text{O}_2)=0.04 \text{ mol/L}]$ 标准滴定溶液的配制与标定

5.3.3.1 对硝基苯胺盐酸盐 $[c(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2\text{Cl})=0.2 \text{ mol/L}]$ 标准溶液的配制

称取 27.7 g 经预先研细的对硝基苯胺于 500 mL 烧杯中，在搅拌下加入 100 mL 水，调成糊状，再加入 1 : 1 盐酸溶液 180 mL，加热搅拌使之溶解。放置 8 h~12 h 至全部成为对硝基苯胺盐酸盐后，用 G₂ 过滤器过滤，然后将滤液移入 1 000 mL 容量瓶中，并加水稀释至刻度。

5.3.3.2 对硝基苯胺盐酸盐 $[c(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2\text{Cl})=0.2 \text{ mol/L}]$ 标准溶液的标定

吸取上述配制的溶液 25 mL，移入 400 mL 烧杯中，加入 1 : 4 盐酸溶液 100 mL，冷却至 0 °C~5 °C，用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定，以淀粉-碘化钾试纸试验终点。取一滴被滴定溶液，在淀粉-碘化钾试纸上呈微蓝色，再经过 5 min 以后用同样方法检验，仍呈微蓝色，即为终点。同时做空白试验。

对硝基苯胺盐酸盐标准溶液的浓度 c_2 按式(1)计算，单位以 mol/L 表示：

$$c_2 = \frac{c_1 \times (V_1 - V_0)}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_1 ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的实际数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——试样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 ——空白消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升(mL)；

V_2 ——吸取对硝基苯胺盐酸盐标准溶液体积的实际数值，单位为毫升(mL)。

5.3.3.3 对硝基苯胺重氮盐 $[c(\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_3\text{O}_2)=0.04 \text{ mol/L}]$ 标准滴定溶液的配制

吸取 0.2 mol/L 对硝基苯胺盐酸盐标准溶液 50 mL，置于 250 mL 棕色容量瓶中，加入 1 : 1 盐酸溶液 30 mL、用水制得的冰屑 20 g，用滴定管一次加入计算量的亚硝酸钠标准滴定溶液，该溶液用淀粉-碘化钾试纸试验呈微蓝色，经过 5 min 以后用同样方法检验，仍呈微蓝色，再加入 0.1 mL 亚硝酸钠标准滴定溶液，然后加冰水稀释至刻度，并置于暗处的冰浴中备用。该标准溶液应用时现配。

对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液的浓度 c_3 按式(2)计算，单位以 mol/L 表示：

$$c_3 = \frac{c_2 \times V_3}{V_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_2 ——对硝基苯胺盐酸盐标准溶液浓度的实际数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_3 ——吸取对硝基苯胺盐酸盐标准溶液体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

V_4 ——250 mL 棕色容量瓶体积的准确数值，单位为毫升(mL)。

5.3.4 试验步骤

称取试样 5 g(精确至 0.000 2 g)置于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水稍微加热溶解，移入到 250 mL 容量瓶中，稀释到刻度，摇匀备用。

吸取上述溶液 25 mL 于 500 mL 烧杯中，加入蒸馏水 300 mL，加入 5 g 草酸钠，温度保持在 0 °C~5 °C，用带冰水夹套的滴定管，用 0.04 mol/L 对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液滴定。当滴定至终点时

取一滴偶合液在滤纸上与 H 酸指示剂相遇交接处出现浅红紫色即为终点。

5.3.5 结果计算

2,4-二氨基苯磺酸钠的质量分数 w_1 ,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{c \times V \times M / 1\,000}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——试样消耗对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

c ——对硝基苯胺重氮盐标准滴定溶液浓度的实际数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——2,4-二氨基苯磺酸钠的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_2\text{NaO}_3\text{S}) = 210.22 \text{ g/mol}$];

m ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

5.3.6 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.50%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 2,4-二氨基苯磺酸钠纯度测定

5.4.1 原理

采用高效液相色谱法,用峰面积归一化法计算 2,4-二氨基苯磺酸钠的纯度。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 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紫外分光检测器。

5.4.2.2 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 。

5.4.2.3 色谱工作站或数据处理机。

5.4.2.4 超声波发生器。

5.4.2.5 微量注射器或自动进样器。

5.4.3 试剂和溶液

5.4.3.1 甲醇:色谱纯。

5.4.3.2 四丁基溴化铵。

5.4.3.3 磷酸二氢钠。

5.4.3.4 水:经 0.45 μm 水膜过滤。

5.4.3.5 缓冲盐水溶液:含 1 g/L 四丁基溴化铵,2 g/L 磷酸二氢钠。

5.4.4 色谱分析条件

色谱分析条件包括:

a) 流动相:甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=20:80;

b) 波长:254 nm;

- c) 流量:1.0 mL/min;
- d) 进样量:5 μL;
- e) 柱温:40 ℃。

可根据装置不同,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 试验步骤

称取 2,4-二氨基苯磺酸钠试样 0.05 g(精确至 0.001 g)于 50 mL 棕色容量瓶中,加水稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中震荡、充分溶解后备用。

开启色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器进样,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。

5.4.6 结果计算

2,4-二氨基苯磺酸钠的纯度以 w_2 计,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A ——2,4-二氨基苯磺酸钠的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——各组分 i 的峰面积数值之和。

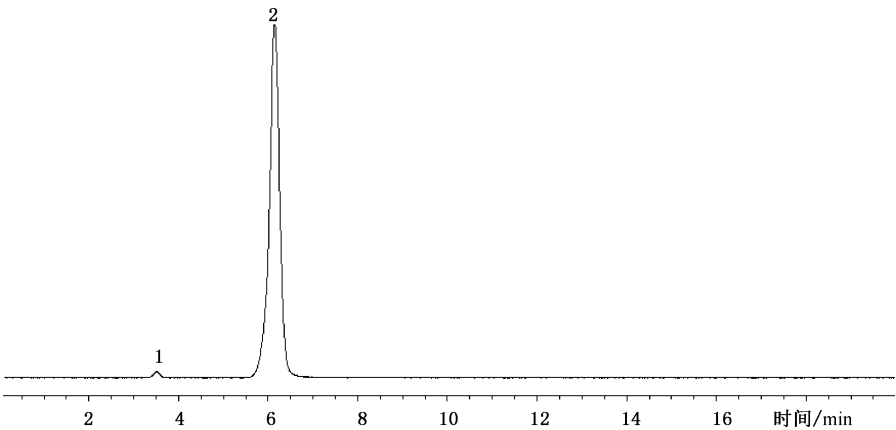
计算结果保留到小数点后两位。

5.4.7 允许差

2,4-二氨基苯磺酸钠纯度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。

5.4.8 色谱图

色谱图见图 1。



说明:

1——间苯二胺;

2——2,4-二氨基苯磺酸钠。

图 1 2,4-二氨基苯磺酸钠液相色谱示意图

5.5 水分的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.2 有关规定进行,称样量 1 g(精确至 0.000 2 g),样品烘干温度 100 °C ~ 105 °C,烘干至恒量。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

计算结果保留到小数点后两位。

5.6 水不溶物的测定

按 GB/T 2381 的规定进行。

称取试样约 5 g(精确至 0.000 2 g)于 300 mL 烧杯中,加 200 mL 85 °C 热水,用已于 100 °C ~ 105 °C 恒量的 G₃ 坩埚式过滤器进行过滤,用 85 °C 的水洗涤至滤液无色为止,将抽干后的 G₃ 坩埚式过滤器取出置于 100 °C ~ 105 °C 烘箱中,烘干至恒量。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.02%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

计算结果保留到小数点后两位。如结果小于 0.01%(质量分数),则保留一位有效数字。

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2,4-二氨基苯磺酸钠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 2,4-二氨基苯磺酸钠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,则整批产品判定为不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

7.1.1 标志

2,4-二氨基苯磺酸钠的每个包装容器上都应按有关规定涂印耐久、清晰的标志。

标志内容应至少包括:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称、地址;
- c) 生产日期;
- d) 净含量。

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

2,4-二氨基苯磺酸钠应使用双层袋包装,内衬层为塑料袋,外包装为编织袋或纸塑复合袋。每袋净含量 $25\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时防止日晒、碰撞和雨淋。保证产品包装不致损坏,与其他物品不应混放。

7.4 贮存

贮存时应远离火源、住宅,放置阴凉干燥通风处。
