

中华人民共和国国家标准

GB/T 1648—2013
代替 GB/T 1648—2007

H-酸单钠盐 (1-萘胺-8-羟基-3,6-二磺酸单钠盐)

H-acid monosodium salt
(1-Naphthylamine-8-hydroxy-3,6-disulfonic acid monosodium salt)

2013-12-31 发布

2014-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 1648—2007《1-萘胺-8-羟基-3,6-二磺酸单钠盐(H-酸单钠盐)》，与 GB/T 1648—2007 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 标准名称修改为《H-酸单钠盐(1-萘胺-8-羟基-3,6-二磺酸单钠盐)》；
- 增加了 CAS RN(见第 1 章)；
- 增加了 H-酸单钠盐(1-萘胺-8-羟基-3,6-二磺酸单钠盐)纯度控制项目及指标(见第 3 章)；
- 增加了 K-酸(1-氨基-8-萘酚-4,6-二磺酸)控制项目及指标(见第 3 章)；
- 修改粉状指标增设为两个等级优等品和合格品(见第 3 章,2007 版的第 3 章)；
- 修改 H-酸单钠盐(1-萘胺-8-羟基-3,6-二磺酸单钠盐)膏状指标(见第 3 章,2007 版的第 3 章)；
- 修改液相色谱条件中水相硫酸钠溶液为乙酸铵与四丁基溴化铵缓冲盐水溶液(见 5.4,2007 版的 5.5)。

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：江苏明盛化工有限公司、楚源高新科技集团股份有限公司、江苏吉华化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：蒲爱军、刘松林、杨鹏、陈美芬、廖杰、吕双、郭世建、季浩。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 1648—1979、GB 1648—1984、GB/T 1648—2001、GB/T 1648—2007。



H-酸单钠盐

(1-萘胺-8-羟基-3,6-二磺酸单钠盐)

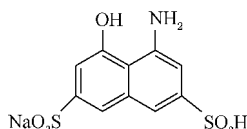
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 H-酸单钠盐(1-萘胺-8-羟基-3,6-二磺酸单钠盐)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 H-酸单钠盐产品的质量控制。

结构式:



分子式: $C_{10}H_8O_7NS_2Na$

相对分子质量: 341.30(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 5460-09-3

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—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

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

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

H-酸单钠盐的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 H-酸单钠盐的质量要求

项 目	指 标			试验方法
	粉 状		膏 状	
	优等品	合格品		
(1)外观	灰白色至米棕色或灰棕色粉末		灰白色至米棕色或灰棕色膏状物,贮存时颜色允许加深	5.2
(2)H-酸单钠盐总氨基值的质量分数/% ≥	85.50	85.00	42.0	5.3
(3)H-酸单钠盐的纯度/% ≥	98.50	98.00	98.00	5.4
(4)变色酸双钠盐含量/% ≤	0.50	1.00	1.00	5.4
(5)T-酸双钠盐含量/% ≤	0.25	0.30	0.50	5.4
(6)ω-酸含量/% ≤	0.15	0.30	0.30	5.4
(7)K-酸含量/% ≤	0.20	0.20	0.20	5.4
(8)碱不溶物的质量分数/% ≤	0.20	0.20	0.20	5.5
(9)水分的质量分数/% ≤	5.00	5.00	—	5.6

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。膏状产品从每批产品的 100%桶中取样。粉状产品的每批采样数应符合 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,所采样品总量粉状不少于 500g,膏状不少于 1 000g。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(膏状产品不留样)。

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 H-酸单钠盐总氨基值的测定

5.3.1 测定原理

H-酸单钠盐溶于碳酸钠溶液后,在酸性条件下与亚硝酸钠标准滴定溶液发生重氮化反应,以淀粉-碘化钾试纸判定终点。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 碳酸钠溶液:100 g/L。

5.3.2.2 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:1。

5.3.2.3 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 的规定配制和标定,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。

5.3.3 测定步骤

称取 25 g H-酸单钠盐粉状试样(称取 50 g 膏状试样,精确至 0.01 g)于 400 mL 烧杯中,加入 80 mL 碳酸钠溶液,搅拌溶解后,移入 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,混合均匀。用移液管吸取 50 mL 试样溶液,置于预先加有 400 mL 水的 600 mL 烧杯中,在搅拌下加入 20 mL 盐酸溶液,控制溶液温度为 $20^\circ\text{C}\sim 25^\circ\text{C}$,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,将滴定管提出液面,用少量水洗涤尖端,再逐滴加入,以淀粉-碘化钾试纸检验终点。当试液点在淀粉-碘化钾试纸上呈蓝色润圈并保持 3 min 不消失,即为终点。

同时在相同条件下做空白试验。

5.3.4 结果计算

H-酸单钠盐总氨基值以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{cM(V - V_0)}{50m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——H-酸单钠盐的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_7\text{NS}_2\text{Na}) = 341.30$];

V ——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);

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。

5.3.5 允许差

H-酸单钠盐总氨基值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。

5.4 H-酸单钠盐纯度及有机杂质含量测定(HPLC)

5.4.1 方法提要

采用反相高效液相色谱法,以乙酸铵和四丁基溴化铵缓冲盐水溶液与甲醇的混合溶液为流动相,分离 H-酸单钠盐及其各有机杂质,经紫外检测器检测,用峰面积归一化法测定 H-酸单钠盐纯度及有机杂质的含量。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 高效液相色谱:配有 254 nm 波长或可变波长检测器。

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 $5 \mu\text{m}$ ODS C_{18} 。

- 5.4.2.3 色谱工作站或积分仪。
- 5.4.2.4 微量进样器或自动进样器。
- 5.4.2.5 超声波发生器。

5.4.3 试剂和材料

- 5.4.3.1 甲醇:色谱纯。
- 5.4.3.2 水:经 0.45 μm 水膜过滤。
- 5.4.3.3 碳酸钠溶液:100 g/L。
- 5.4.3.4 缓冲盐水溶液:1 g/L 乙酸铵,4.8 g/L 四丁基溴化铵,配制后用 0.45 μm 水膜过滤,备用。

5.4.4 色谱分析条件

- 5.4.4.1 流动相:甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=40:60。
- 5.4.4.2 检测波长:254 nm。
- 5.4.4.3 流量:1.0 mL/min。
- 5.4.4.4 进样量:2 μL。
- 5.4.4.5 柱温:室温。

可根据仪器和色谱柱的不同,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 H-酸单钠盐粉状试样约 0.1 g(精确至 0.001 g),置于 50 mL 小烧杯中,加少量水及 5 mL 碳酸钠溶液溶解,转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀、过滤,及时进样。(膏状试样从本标准 5.3.3 中 50 g/L 样品溶液中吸取 2 mL 样品溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀、过滤,及时进样。)

5.4.6 测定步骤

待仪器运行稳定后,吸取试样溶液注入进样器,待组分流完,用色谱工作站或积分仪进行结果处理(见色谱示意图 1)。同时对各有机杂质的已知样品溶液进样分析,以确认各有机杂质的保留时间。

5.4.7 结果计算

H-酸单钠盐纯度以及 T-酸双钠盐、变色酸双钠盐、ω-酸、K-酸含量以 w_i 计,数值以%表示,按式(2)计算:

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

式中:

- A_i ——试样溶液中 H-酸单钠盐及其各有机杂质的峰面积数值;
 - $\sum A_i$ ——试样溶液中 H-酸单钠盐及其各有机杂质的峰面积数值之和。
- 计算结果保留到小数点后两位。

5.4.8 允许差

H-酸单钠盐纯度平行测定结果之差应不大于 0.20%,其他有机杂质含量平行测定结果之差应不大于 0.10%,取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱示意图

色谱示意图见图 1。

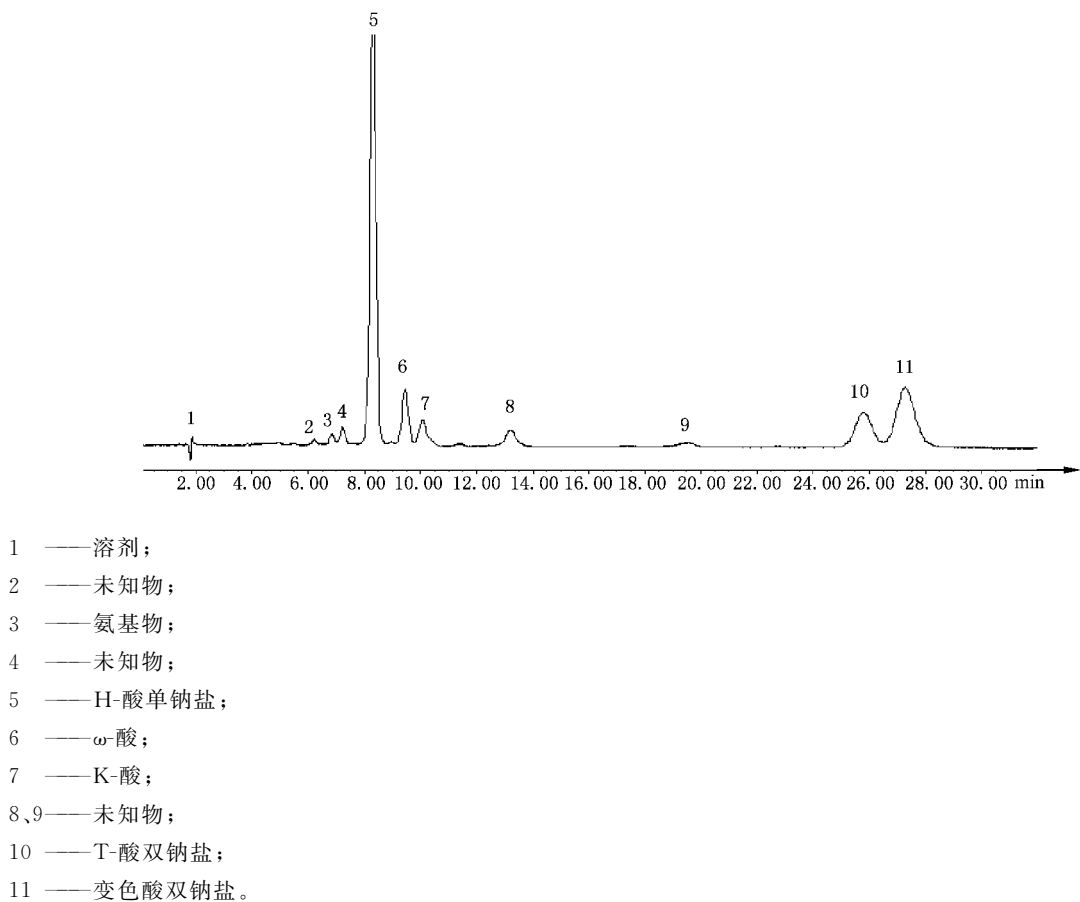


图 1 H-酸单钠盐液相色谱示意图

5.5 碱不溶物质量分数的测定

按 GB/T 2381—2006 中的规定进行。

称样量 20 g(精确至 0.01 g),加入碳酸钠溶液 100 mL,G3 玻璃坩埚式过滤器在 100 ℃~105 ℃烘箱中烘 2 h 后称量。

碱不溶物平行测定结果之差应不大于 0.05%(质量分数),取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.6 水分质量分数的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.2“烘干法”进行。

称样量为 2 g~3 g,烘干温度为 105 ℃~110 ℃。

水分平行测定结果之差应不大于 0.50%(质量分数),取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

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

H-酸单钠盐应由生产厂的质量检验部门进行检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 H-酸单钠盐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,粉状产品应重新自两倍量的包装中取样进行检验,膏状产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,则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

H-酸单钠盐的每个包装容器上都应涂印耐久、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、批号和等级;
- d) 生产许可证编号和标志;
- e) 净含量。

7.2 标签

H-酸单钠盐产品应有标签,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。

7.3 包装

H-酸单钠盐用内衬塑料袋的塑料编织袋、内衬塑料袋的铁桶或塑料桶。每袋(桶)净含量 50 kg ± 0.50 kg 或 25 kg ± 0.25 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

H-酸单钠盐的运输过程中应防曝晒、潮湿和雨淋,不得强力挤压和碰撞。

7.5 贮存

H-酸单钠盐应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内,防止受潮、受热,远离火源,按化学品规定贮运。