



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 25785—2010

---

## 2-氨基-4,6-二硝基酚钠(苦氨酸钠)

2-Amino-4,6-dinitrophenol sodium (picramic acid sodium hydrate)

2010-12-23 发布

2011-10-01 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/TC 134)归口。

本标准起草单位:大连染料化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:丰收、马有新、张秋玲、沈日炯。

## 2-氨基-4,6-二硝基酚钠(苦氨酸钠)

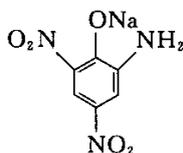
**警告**——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了 2-氨基-4,6-二硝基酚钠(苦氨酸钠)的要求、采样、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存以及安全和安全技术说明书。

本标准适用于 2-氨基-4,6-二硝基酚钠的产品质量控制。

结构式:



分子式:  $C_6H_4N_3NaO_5$

相对分子量: 221.10(按 2007 年国际相对原子质量)

### 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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,ISO 780:1997,MOD)

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 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 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12268—2005 危险物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

GB 16483 化学品安全技术说明书编写规定

### 3 要求

2-氨基-4,6-二硝基酚钠的质量应符合表 1 的规定。

表 1 2-氨基-4,6-二硝基酚钠的质量要求

项 目	指 标
(1) 外观	棕红色膏状物
(2) 水分的质量分数/%	25.0~35.0
(3) 2-氨基-4,6-二硝基酚钠的质量分数(干品氨基值)/% $\geq$	86.0
(4) 干品水不溶物的质量分数/% $\leq$	0.1
(5) 干品酸不溶物的质量分数/% $\leq$	0.1
(6) 干品纯度(HPLC)/% $\geq$	98.0

#### 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。

#### 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 和 GB/T 603 规定制备。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 水分的测定

按照 GB/T 2386—2006 中的 3.2“烘干法”进行。称取试样 2 g~5 g(精确至 0.000 2 g),烘干温度 80 °C~90 °C,烘干至恒量。

##### 5.4 2-氨基-4,6-二硝基酚钠含量(干品氨基值)的测定(化学法)

###### 5.4.1 原理

2-氨基-4,6-二硝基酚钠在酸性条件下与亚硝酸钠定量地起重氮化反应。终点用淀粉-碘化钾试纸确定。

###### 5.4.2 试剂和溶液

- a) 盐酸;
- b) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ ;
- c) 淀粉-碘化钾试纸。

###### 5.4.3 仪器设备

一般实验室仪器。

###### 5.4.4 试样准备

按本标准的 5.3 进行,将试样烘干至恒量。

###### 5.4.5 分析步骤

准确称取已烘干试样约 0.5 g(精确至 0.000 2 g),置于 400 mL 清洁干燥的烧杯中,加入 250 mL 水及 20 mL 盐酸,在电炉上加热完全溶解后,将此溶液冷却至 0 °C~10 °C,然后把滴定管的尖端放入溶

液中,在不断搅拌下,将亚硝酸钠标准滴定溶液(占总需量的95%左右)一次加入,然后把滴定管尖端取出液面,用水淋洗滴定管的尖端,再逐滴加入亚硝酸钠标准溶液,直至溶液使淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色,并保持5 min不退色,即为终点。

在相同条件下做一空白试验。

#### 5.4.6 结果计算

2-氨基-4,6-二硝基酚钠含量(干品氨基值)以质量分数 $w_1$ 计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V$ ——滴定试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——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);

$M$ ——2-氨基-4,6-二硝基酚钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(C_6H_4N_3O_5Na) = 221.10$ ];

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

#### 5.4.7 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.2%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

### 5.5 干品水不溶物的测定

#### 5.5.1 原理

将试样完全溶于热水,用玻璃砂芯漏斗G4抽滤,不溶物经干燥至恒量,测定水不溶物含量。

#### 5.5.2 仪器设备

a) 玻璃砂芯漏斗:G4;

b) 吸滤瓶:500 mL。

#### 5.5.3 试样准备

按本标准的5.3进行,将试样烘干至恒量。

#### 5.5.4 分析步骤

准确称取已烘干试样约1 g(精确至0.000 2 g),置于800 mL烧杯中,加入600 mL沸水,再继续煮沸10 min,趁热用已恒量的G4玻璃砂芯漏斗进行热过滤,并用热水充分洗涤至无色,然后置于恒温干燥箱中于100℃~105℃,烘至恒量。

#### 5.5.5 结果计算

干品水不溶物含量以质量分数 $w_2$ 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$ ——玻璃砂芯漏斗和不溶物恒量后质量的数值,单位为克(g)。

$m_2$ ——玻璃砂芯漏斗恒量后质量的数值,单位为克(g);

$m_3$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

#### 5.5.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.05%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

### 5.6 干品酸不溶物含量的测定

#### 5.6.1 原理

试样中加入一定量的盐酸和沸水,使试样完全溶解,用玻璃砂芯漏斗抽滤,不溶物经干燥恒量,测定酸不溶物含量。

5.6.2 试剂和溶液

- a) 盐酸;
- b) 盐酸溶液:  $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.6.3 仪器设备

- a) 玻璃砂芯漏斗: G4;
- b) 吸滤瓶: 500 mL。

5.6.4 试样准备

按本标准的 5.3 进行, 将试样烘干至恒量。

5.6.5 分析步骤

准确称取已烘干试样约 1 g(精确至 0.000 2 g), 置于 800 mL 烧杯中, 加盐酸 20 mL, 搅匀后, 再加入 500 mL 沸水, 搅拌使之溶解, 趁热用已恒量的 G4 玻璃砂芯漏斗进行热过滤, 不溶物用 0.02 mol/L 盐酸溶液充分洗涤至无色, 然后置于恒温干燥箱中于 100 °C~105 °C, 烘至恒量。

5.6.6 结果计算

干品酸不溶物以质量分数  $w_3$  计, 数值用%表示, 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- $m_4$ ——玻璃砂芯漏斗和不溶物恒量后质量的数值, 单位为克(g);
- $m_5$ ——玻璃砂芯漏斗恒量后质量的数值, 单位为克(g);
- $m_6$ ——试样质量的数值, 单位为克(g)。

5.6.7 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.05%(质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

5.7 干品纯度的测定(液相色谱法)

5.7.1 原理

采用反相液相色谱, 在 BDS  $C_{18}$  色谱柱上, 以乙腈加 0.05 mol/L 醋酸水溶液为流动相, 经紫外检测器(285 nm)检测, 用峰面积归一化法测定 2-氨基-4,6-二硝基酚钠的纯度。

5.7.2 试剂和溶液

- a) 乙腈: 色谱纯;
- b) 醋酸水溶液:  $c(\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2) = 0.05 \text{ mol/L}$ ;
- c) 水: 经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤。

5.7.3 仪器设备

- a) 液相色谱仪: 输液泵-流量范围(0.1~10)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;
- b) 色谱柱: 长为 200 mm, 内径为 4.6 mm 的不锈钢柱, 固定相为  $C_{18}$  BDS 5  $\mu\text{m}$ ;
- c) 数据处理机: 色谱工作站或积分仪;
- d) 平头微量注射器: (10~25) $\mu\text{L}$ ;
- e) 超声波发生器。

5.7.4 色谱条件

- a) 流动相: 乙腈与 0.05 mol/L 醋酸水溶液的体积比为 40 : 60;
- b) 流量: 1 mL/min;
- c) 进样量: 5  $\mu\text{L}$ ;
- d) 波长: 285 nm。

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。

### 5.7.5 试样溶液的制备

称取(按本标准的 5.3 进行,已烘干至恒量)干品 2-氨基-4,6-二硝基酚钠的试样 0.005 g~0.01 g (精确至 0.000 2 g),加入流动相溶液使之溶解并稀释至 10 mL 容量瓶中。

### 5.7.6 分析步骤

开启色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器进试样溶液 5  $\mu$ L,待最后一个组分流完毕(见图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

### 5.7.7 结果计算

2-氨基-4,6-二硝基酚钠的纯度  $w_i$ ,数值用 % 表示,按式(4)计算:

$$w_i = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

A——试样 2-氨基-4,6-二硝基酚钠的峰面积的数值;

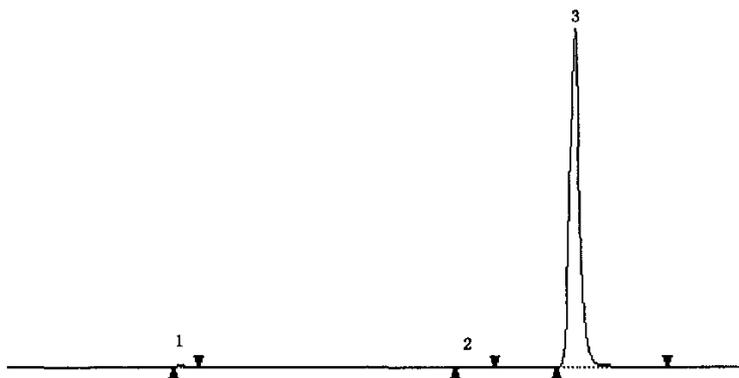
$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积的数值之和。

### 5.7.8 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。

### 5.7.9 色谱图

2-氨基-4,6-二硝基酚钠色谱图见图 1。



- 1——未知物 1;
- 2——未知物 2;
- 3——2-氨基-4,6-二硝基酚钠。

图 1 2-氨基-4,6-二硝基酚钠色谱图

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的全部项目均为型式检验项目,其中(1)、(2)、(3)、(4)项目为出厂检验项目,应逐批进行检验。在正常连续生产情况下,每个月至少进行一次型式检验。但有下列情况之一时要随时进行型式检验:

- a) 新产品最初定型时;
- b) 产品异地生产时;
- c) 生产配方、工艺及原材料有较大改变时;
- d) 停产三个月后又恢复生产时;
- e) 客户提出要求时。

## 6.2 出厂检验

2-氨基-4,6-二硝基酚钠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产品都符合本标准的要求。

## 6.3 复检

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,则整批产品为不合格。

## 7 标志、标签、包装、运输和贮存

### 7.1 标志、标签

2-氨基-4,6-二硝基酚钠的每个包装上都应按 GB 190 和 GB/T 191 中的有关规定涂上牢固、清晰的易燃物品标志和相关的安全储运标志,并注明:产品名称、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桶内的塑料袋外面。并应符合 GB 15258 化学品安全标签编写规定。

### 7.2 包装

2-氨基-4,6-二硝基酚钠采用纸板桶等,内衬双层聚乙烯袋双扎口,每箱折干品含量 25 kg。包装要严密,无泄漏,经常检查是否有渗漏水情况,包装破损时要及时处理,含水量不足时应立即添加。产品包装应符合 GB 12463 及危险化学品包装的相关规定。

### 7.3 运输

本产品按危险化学品运输要求进行运输。运输过程应防止雨淋,并保持包装完整,标志清晰。应轻拿轻放,防止压坏和碰破包装物,严禁拖、拉、摔和撞,切忌混运。

### 7.4 贮存

应按 GB 15603 及相关规定贮存于阴凉通风的仓库内,应防止水分蒸发形成干品造成危险。该产品不得混贮,严禁撞打、接近火源或与易燃易爆物放在一起。

## 8 安全、安全技术说明书

### 8.1 安全

根据 GB 12268—2005,2-氨基-4,6-二硝基酚钠危险品编号为(CN:11058),属于第一类爆炸品。是易燃固体,接触人员应佩戴防毒面具,胶皮手套等防护用具。使用及搬运时,应严格注意安全。工作现场禁止吸烟、进食和饮水。

### 8.2 安全技术说明书

按 GB 16483 化学品安全技术说明书编写规定,该产品出厂应提供详细的安全技术说明书。安全技术说明书应包括如下内容:

- a) 提供该产品的危险性信息;
- b) 安全使用方法;
- c) 运输、储存要求;
- d) 防护措施;
- e) 应急处理措施等。