



中华人民共和国国家标准

GB/T 24415—2009

2-萘胺-4,8-二磺酸(氨基 C 酸)

2-Naphthylamine-4,8-disulfonic acid (Amino C acid)

2009-09-30 发布

2010-02-01 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:南通大伦化工有限公司、沈阳化工研究院。

本标准主要起草人:王勤、蒲爱军。

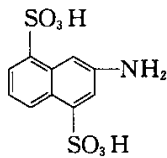
2-萘胺-4,8-二磺酸(氨基 C 酸)

1 范围

本标准规定了 2-萘胺-4,8-二磺酸(氨基 C 酸)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、贮存。

本标准适用于 2-萘胺-4,8-二磺酸的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_{10}H_9NO_6S_2$

相对分子质量: 303.31(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 131-27-1

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,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

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

3 要求

2-萘胺-4,8-二磺酸的质量应符合表 1 的规定。

表 1 2-萘胺-4,8-二磺酸的质量要求

项 目	指 标		
	干 品		潮 品
	一等品	合格品	
外观	灰色(或略带浅红色)粉末		浅绛红色膏状物
2-萘胺-4,8-二磺酸(氨基值)的质量分数/%	≥ 80.00	70.00	40.00
2-萘胺-4,8-二磺酸纯度(HPLC)/%	≥ 98.00	97.00	—
水不溶物的质量分数/%	≤ 0.20	0.40	—

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。潮品从每批产品的100%桶中取样。干品按GB/T 6678—2003中7.6规定的单元数采样。采样时不锈钢采样器采取包括上、中、下三部分样品,干品不得少于500 g,潮品不得少于1 000 g。将采取的样品仔细混合均匀后,分装于两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中。瓶上粘贴标签,注明:产品名称、批号、生产厂名称和采样日期。一瓶供检验,一瓶保存备查。

5 试验方法

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。

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的规定制备与标定。检验结果的判定按GB/T 1250—1989中的5.2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 2-萘胺-4,8-二磺酸(氨基值)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存在下与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

- a) 盐酸溶液:盐酸与水体积比=1:1;
- b) 溴化钾溶液:100 g/L;
- c) 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;
- d) 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 分析步骤

称取试样约2.5 g(膏状物称取约5 g)(精确至0.000 1 g)于500 mL烧杯中,加300 mL水,搅拌溶解后,加入20 mL盐酸溶液,加入20 mL溴化钾溶液,控制试样溶液温度 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,在搅拌下用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,用少量水将尖端洗涤,再逐滴加入,以淀粉-碘化钾试纸检验终点。当试液点在试纸上呈微蓝色并保持5 min不消失,即为终点。同时做空白试验。

5.3.4 结果计算

2-萘胺-4,8-二磺酸(氨基值)以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

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);

c ——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);

M ——2-萘胺-4,8-二磺酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_6\text{S}_2)=303.31$];

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 0.3% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

5.4 2-萘胺-4,8-二磺酸纯度(HPLC)测定

5.4.1 原理

采用反相高效液相色谱法, 在 C_{18} 柱上, 以甲醇与缓冲液的体积比=28:72 为流动相, 分离 2-萘胺-4,8-二磺酸及其有机杂质, 经紫外检测器检测, 用峰面积归一化法测定 2-萘胺-4,8-二磺酸的纯度。

5.4.2 仪器设备

- a) 液相色谱仪: 输液泵-流量范围(0.1~5.0)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;
- b) 色谱柱: 长为 150 mm, 内径为 4.6 mm 的不锈钢柱, 固定相为 ODS C_{18} , 粒径 5 μm ;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 超声波发生器;
- e) 微量注射器: 平头, 25 μL 。

5.4.3 试剂和溶液

- a) 水: 经 0.45 μm 水膜过滤;
- b) 甲醇: 色谱纯;
- c) 缓冲液: 2 g/L 四丁基溴化铵和 6 g/L 磷酸二氢钠混合水溶液。

5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相: 甲醇与缓冲液的体积比=28:72;
- b) 波长: 230 nm;
- c) 流量: 1.0 mL/min;
- d) 柱温: 室温;
- e) 进样量: 5 μL 。

可根据仪器设备不同, 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 分析步骤

称取试样约 25 mg (精确至 0.1 mg) 于 100 mL 容量瓶中, 加水溶解并定容, 置于超声波发生器充分溶解, 取出摇匀备用。

待仪器运行稳定后, 用微量注射器吸取试样溶液注入进样阀, 待最后一个组分流完(见色谱图 1), 进行结果处理。

5.4.6 结果计算

2-萘胺-4,8-二磺酸纯度以 w_2 计, 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——2-萘胺-4,8-二磺酸的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和。

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.7 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。

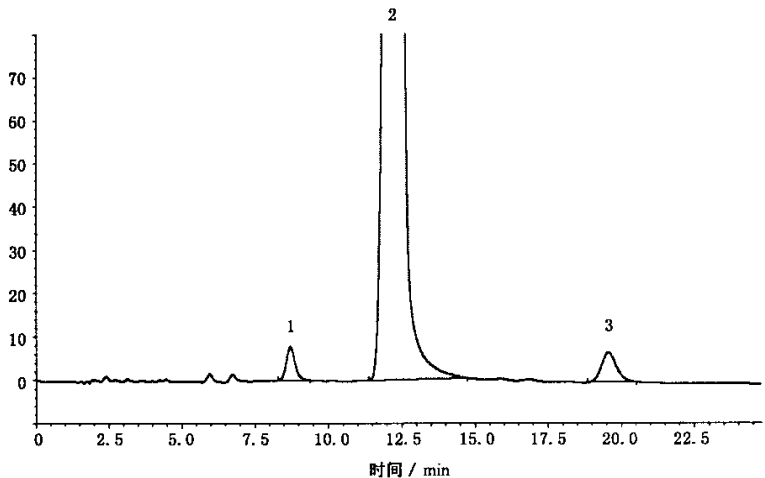
5.4.8 色谱图

见图 1。

5.5 水不溶物的测定

称取约 2 g (精确至 0.000 1 g) 试样, 置于 250 mL 烧杯中, 加 100 mL 水, 搅拌使之溶解或加热使全

溶,过滤,用 80℃~90℃水洗使滤液不呈酸性为止。100℃~105℃干燥 2 h。其他按 GB/T 2381—2006 中的规定进行。



- 1——未知物;
- 2——2-萘胺-4,8-二磺酸;
- 3——未知物。

图 1 2-萘胺-4,8-二磺酸色谱示意图

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中规定的全部项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2-萘胺-4,8-二磺酸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产品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,干品应重新自两倍量的包装中取样进行检验(潮品应重新按本标准第 4 章要求取样进行检验),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、运输和贮存

7.1 标志、标签

2-萘胺-4,8-二磺酸的每个包装上都应涂上牢固、清晰的标志,注明:产品名称规格、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。

7.2 包装

2-萘胺-4,8-二磺酸用内衬塑料袋的塑料编织袋或内衬塑料袋的铁桶或塑料桶包装,每袋(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

运输中应防止曝晒、潮湿和雨淋,不得强力挤压和碰撞。

7.4 贮存

2-萘胺-4,8-二磺酸应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内,防止受潮受热,远离火源。
