

ICS 71.100.01; 87.060.10

CCS G57

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2750—××××

代替 HG/T 2750-2012

靛蓝

Indigo

(报批稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 2750-2012《靛蓝》，与HG/T 2750-2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——增加了色光、强度、甲醛、苯胺、邻苯二甲酸丁酯、有害芳香胺、重金属元素质量项目（见第4章，2012年版的第3章）；

——更改了采样量（见第5章，2012年版的第4章）；

——更改了外观的判定方法（见6.2，2012年版的5.2）；

——增加了色光和强度的测定方法（见6.3）；

——增加了甲醛含量的测定方法（见6.7）；

——增加了苯胺含量的测定方法（见6.8）；

——增加了邻苯二甲酸丁酯含量的测定方法（见6.9）；

——增加了有害芳香胺含量的测定方法（见6.10）；

——增加了重金属元素含量的测定方法（见6.11）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC134)归口。

本文件起草单位：江苏泰丰化工有限公司、浙江长征化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本文件主要起草人：吕双、栾敏红、高国新、赵志敏、毛永生、金永辉、蒋冬兰、高岗祥、杨杰民、张士平、秦慧清、肖云。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1987年首次发布为化工专业标准 ZB G 57005-1987；

——1996年第一次修订时，调整为推荐性化工行业标准HG/T 2750-1996，2006年第二次修订，2012年第三次修订。

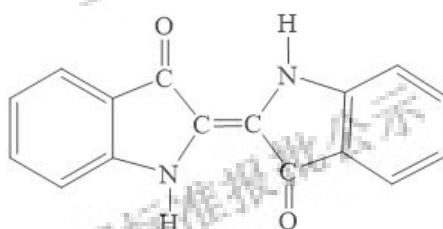
——本次为第四次修订。

靛蓝

1 范围

本文件规定了靛蓝的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。本文件适用于靛蓝产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₁₆H₁₀N₂O₂

相对分子质量：262.27（按2019年国际相对原子质量）

CAS No.：482-89-3

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 2374-2017 染料 染色测定的一般条件
- GB/T 2377-2013 还原染料 色光和强度的测定
- GB/T 2383 粉状染料 筛分细度的测定
- 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 (ISO 3696: 1987, MOD)
- GB/T 6687 染料名词术语
- GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 19601 染料产品中23种有害芳香胺的限量及测定
- GB 20814 染料产品中金属元素的限量及测定
- GB/T 23973 染料产品中甲醛的测定
- GB/T 24101 染料产品中4-氨基偶氮苯的限量及测定
- GB/T 24168-2009 纺织染整助剂产品中邻苯二甲酸丁酯的测定
- GB/T 36907-2018 染料产品中苯胺类化合物的测定

3 术语和定义

GB/T 6687 界定的术语和定义适用于本文件。

4 要求

靛蓝的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 靛蓝的质量要求

序号	项 目	指 标	试验方法章条号	
1	外观	深蓝色均匀粉末或颗粒	6.2	
2	强度（为标准品的）/分	100	6.3	
3	色光（与标准品）	目测	近似~微	6.3
		测色（D65 光源） ^a :		
		DE	≤0.50	
		DC	-0.30~0.30	
	DH	-0.30~0.30		
4	靛蓝的质量分数/%	≥93.00	6.4	
5	水分的质量分数/%	≤1.00	6.5	
6	细度（通过 250μm 筛的残余物）的质量分数/%	≤5.0	6.6	
7	甲醛的含量/(mg/kg)	≤10	6.7	
8	苯胺的含量/(mg/kg)	≤500	6.8	
9	邻苯二甲酸丁酯的含量/(mg/kg)	≤5	6.9	
10	有害芳香胺的含量/(mg/kg)	符合 GB 19601 和 GB/T 24101 的标准要求	6.10	
11	重金属元素的含量（铁元素除外）/(mg/kg)	符合 GB 20814 的标准要求	6.11	
12	铁元素的含量/(mg/kg)	≤500	6.11 和 6.12	
注：粒状靛蓝细度免检				
^a 供需双方协商决定是否控制测色色光指标。				

5 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，采样时不应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，所采样品总量不应少于 200g。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、采样日期、地点。一个供检验，一个保存备查。

6 试验方法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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。

6.1 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。

6.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 色光和强度的测定

6.3.1 染色一般条件

染色的一般条件应符合GB/T 2374-2017的有关规定。染色按GB/T 2377—2013中的丙法干缸还原进行。染色温度为20℃~30℃。

染色用5g棉布、棉针织布或棉纱，染色浴比：1：40或1：20（在染色均匀的前提下，也可根据实际情况选择其它浴比）。染色深度：2%（owf）。

6.3.2 还原液配制

每升60℃的水中，加入400g/L的氢氧化钠溶液16mL，85%的保险粉22g，充分搅拌溶解配成还原液。此溶液临用前配制。

6.3.3 染浴配方

以5g棉布、棉针织布或棉纱染色，采用1：40的浴比为例，于五个染杯中，按表3规定配制染浴。如采用1：20的浴比染色，总液量减少一半。

表2 染浴配方

染浴组成	染浴中各组分的量				
	1	2	3	4	5
染料标准品的质量，g	0.0950	0.1000	0.1050	—	—
染料样品的质量，g	—	—	—	0.1000	0.1050
100g/L渗透剂BX溶液的体积，mL	1	1	1	1	1
95%乙醇溶液的体积，mL	1	1	1	1	1
还原液的体积，mL	50	50	50	50	50
加蒸馏水至，mL	200	200	200	200	200

6.3.4 染色操作

按GB/T 2377-2013中6.2.3.1的规定进行，染色15min后，各染缸分别补加无水硫酸钠5g，还原温度60℃，染色温度为20℃~30℃。

6.3.5 氧化

按GB/T 2377-2013中6.2.4.2的规定，不经水洗直接空气氧化。

6.3.6 皂煮

按GB/T 2377-2013中6.2.5的规定进行。

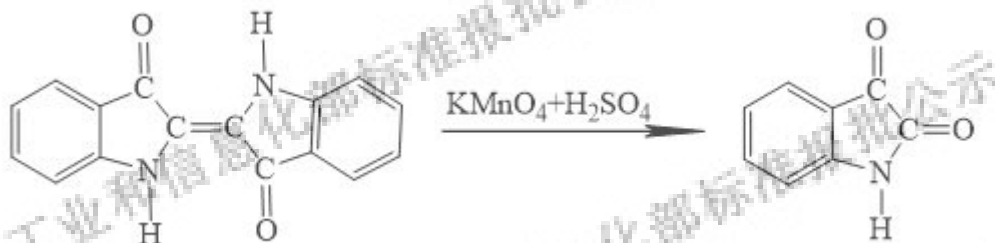
6.3.7 色光和强度的评定

按GB/T 2374-2017中7.1的有关规定进行。

6.4 靛蓝含量的测定

6.4.1 测定原理

靛蓝被高锰酸钾氧化成靛红，引起溶液颜色变化。



6.4.2 试剂和溶液

6.2.4.1 浓硫酸。

6.2.4.2 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.02\text{mol/L}$ 。

6.4.3 测定步骤

称取试样约0.5g（精确至0.0001g），置于50mL三角瓶中，加入20mL浓硫酸，用玻璃棒搅拌均匀，然后将三角瓶置于水浴中，在80℃~90℃下反应1.5h。反应结束后，将溶液冷却后转移至预先加有100mL~150mL水的500mL容量瓶中，用水多次洗涤三角瓶，洗涤液一同移入容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。移取此溶液25mL，置于1000mL三角瓶中，加水500mL，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定，滴定时要充分摇动，使溶液由蓝变绿，当绿色呈黄光时即为终点。

6.4.4 结果计算

靛蓝的质量分数以 w_1 计，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{cV \times 0.0015 \times 1000}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定试样用高锰酸钾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）。

0.0015——与1.00 mL高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(1/5\text{KMnO}_4)=0.02 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的纯靛蓝的质量（经验值）。

计算结果保留到小数点后两位。

6.4.5 允许差

靛蓝的质量分数两次平行测定结果之差的绝对值不应大于0.50%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

6.5 水分质量分数的测定

按 GB/T 2386-2014 中 3.2 “烘干法”的规定进行。

6.6 细度的测定

按 GB/T 2383 中的规定进行，标准筛孔径为 $250\mu\text{m}$ （60 目）。

6.7 甲醛含量的测定

按 GB/T 23973 中的规定进行。

6.8 苯胺含量的测定

按 GB 36907 中的规定进行。

6.9 邻苯二甲酸丁酯含量的测定

按 GB/T 24168-2009 的规定进行。

6.10 有害芳香胺含量的测定

按 GB 19601 和 GB/T 24101 的规定进行。

6.11 重金属元素含量的测定

按 GB 20814 的规定进行。

6.12 铁元素含量的测定

6.12.1 仲裁法

同 6.11。

6.12.2 邻菲罗啉法

6.12.2.1 测定原理

用抗坏血酸将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子，在 $\text{pH}=2\sim 9$ 时，二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物与标准铁元素色阶目视比较。

6.12.2.2 试剂和材料

6.12.2.2.1 硝酸；

6.12.2.2.2 高氯酸；

6.12.2.2.3 混酸：高氯酸与硝酸的体积比为 1:3；

6.12.2.2.4 抗坏血酸溶液：2g/L；

6.12.2.2.5 邻菲罗啉溶液：0.2g/L；

6.12.2.2.6 无水乙酸钠；

6.12.2.2.7 冰乙酸；

6.12.2.2.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH=4.5；

配制方法：称取 164g 无水乙酸钠，加 500mL 水溶解，加 240mL 冰乙酸，用水稀释至 1000mL；

6.12.2.2.9 铁元素标准溶液：1 μ g/mL；

6.12.2.2.10 25mL 比色管。

6.12.2.3 样品处理

称取试样 0.2g（精确至 0.0001g），置于 150mL 锥形瓶中，加入 10mL 混酸，将锥形瓶放在加热器上缓慢加热（加热过快易产生爆炸），直至黄烟基本消失；至试样完全消解而得到无色或微黄色透明的溶液（为此，有时需酌情补加混酸）；稍冷后加入 10mL 水，加热至沸并冒白烟，再保持数分钟以驱除残余的混酸，然后冷却到室温，把溶液转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释到刻度为试样溶液（若溶液出现浑浊、沉淀或机械性杂质，则务必过滤）。

6.12.2.4 测定步骤

分别吸取铁元素标准溶液（1 μ g/mL）：1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL、6.0mL 及试样溶液 5.0mL，于 25mL 比色管中，加 1.0 mL 抗坏血酸溶液、5.0mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、1.0mL 邻菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，放置 15min 所呈红色与标准铁元素色阶进行比较。

6.12.2.5 结果计算

铁元素含量以质量分数 w_2 计，数值用（mg/kg）表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{c_1 V_0}{m_1 \times V_1 / V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_1 ——铁元素标准溶液浓度的数值，单位为微克每毫升（ μ g/mL）；

V_0 ——加入与试样溶液相当的铁元素标准溶液的体积数值，单位为毫升（mL）；

m_1 ——试样的质量数值，单位为克（g）；

V_1 ——吸取试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2 ——溶解样品溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

7 检验规则

7.1 检验分类及检验项目

检验分为型式检验和出厂检验。

本文件第 4 章表 1 所列的所有检验项目均为型式检验项目，表 1 中 1~5 项为出厂检验项目，应逐批进行检验。

7.2 型式检验

在正常连续生产情况下，每年至少进行一次型式检验。但如有下述情况需进行型式检验：

- 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变化时；
- d) 停产三个月后又恢复生产时；
- e) 客户要求时。

7.3 出厂检验

靛蓝产品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靛蓝产品均符合本文件的要求。

7.4 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本文件的规定时，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文件的要求，则整批产品判定为不合格。

8 标志、标签、包装、运输、贮存

8.1 标志

靛蓝的每个包装上都应涂印耐久、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；
- d) 净含量。

8.2 标签

靛蓝产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号和批号。

8.3 包装

靛蓝产品用内衬聚乙烯薄膜的铁桶或纸板桶包装，加盖密封。每桶净含量 $25\text{kg} \pm 0.25\text{kg}$ 。其它包装可与用户协商确定。

8.4 运输

靛蓝产品在运输过程中应防止曝晒、受潮和碰撞。

8.5 贮存

靛蓝产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。