

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

间氨基苯磺酸

m-Anilinesulfonic acid

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 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。

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这些专利的责任。

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/TC 134）归口。

本文件起草单位：河北建新化工股份有限公司、佛山市顺德区德美瓦克有机硅有限公司、沈阳化工研究院有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、厦门银都利工业有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本文件主要起草人：朱守稳、吕双、刘佳伟、郭玉良、向梅、朱秀全、阚莎莎、肖成贵、薛岩、杨杰民、孟祥祺。

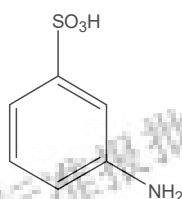
间氨基苯磺酸

1 范围

本文件规定了间氨基苯磺酸产品的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于间氨基苯磺酸的产品质量控制。

结构式：



分子式：C₆H₇NO₃S

相对分子质量：173.19（按2019年国际相对原子质量）

CAS No.：121-47-1

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 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 2381-2013 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（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/T 21876-2015 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

间氨基苯磺酸的质量要求应符合表1的规定。

表1 间氨基苯磺酸的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法章条号
		干品	潮品	
1	外 观	灰白色或粉红色粉末	灰白色或粉红色膏状物 或颗粒	6.2
2	间氨基苯磺酸的质量分数/%	≥ 98.00	≥ 67.00	6.3
3	间氨基苯磺酸的纯度/%	≥ 98.00	≥ 97.50	6.4
4	对氨基苯磺酸的含量/%	≤ 1.50	≤ 2.00	6.4
5	水不溶物的质量分数/%	≤ 0.10	≤ 0.10	6.5
6	水分的质量分数/%	≤ 0.50	≤ 26.00	6.6
7	灰分/%	≤ 1.40	≤ 7.00	6.7

5 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 外观的测定

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 间氨基苯磺酸质量分数的测定

6.3.1 测定原理

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸存在条件下与亚硝酸钠发生重氮化反应，生成重氮盐的原理进行测定。

6.3.2 试剂和溶液

6.3.2.1 盐酸溶液：盐酸与水的体积比=1：1。

6.3.2.2 碳酸钠溶液：100g/L。

6.3.2.3 亚硝酸钠标准滴定溶液： $c(\text{NaNO}_2) = 0.5\text{mol/L}$ ，终点判定用淀粉-碘化钾试纸。

6.3.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

6.3.3 测定步骤

称取试样约4.0g~4.5g(精确至0.0001g)，置于400mL烧杯中，加入15mL 碳酸钠溶液溶解，再加入200mL水和20mL盐酸溶液，冷却至 $0^\circ\text{C} \sim 15^\circ\text{C}$ 。将滴定管尖端插入溶液中，在不断搅拌下，迅速一次性加入计算量95%左右的亚硝酸钠标准滴定溶液，把滴定管尖端提离液面，搅拌1min~2min，继续滴定直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈，并保持3min不变即为终点。

在相同条件下做空白试验。

6.3.4 结果计算

间氨基苯磺酸的质量分数以 w_1 计，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{c [(V - V_0)/1000]M}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c 一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)；

V 一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 一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)；

M 一间氨基苯磺酸的摩尔质量数值，单位为克每摩尔g/mol [$M(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}) = 173.19$]；

m 一试样的质量数值，单位为克 (g)；

1000—体积换算系数。

计算结果保留到小数点后两位。

6.3.5 允许差

间氨基苯磺酸的质量分数平行测定结果绝对差值不应大于 0.30% (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

6.4 间氨基苯磺酸纯度的测定 (HPLC)

6.4.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法，在十八烷基键合柱上，以甲醇和缓冲盐溶液为流动相，分离间氨基苯磺酸及各有机杂质组分，经紫外检测器 (240 nm) 检测，用峰面积归一化法计算间氨基苯磺酸的纯度和对氨基苯磺酸的含量。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 液相色谱仪：输液泵-流量范围 0.1 mL/min~5.0mL/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分光检测器。

6.4.2.2 色谱柱：150mm×4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C_{18} ODS $5\mu\text{m}$ 。

6.4.2.3 色谱工作站或积分仪。

6.4.2.4 微量注射器或自动进样器。

6.4.2.5 超声波发生器。

6.4.2.6 分析天平：精度 1mg。

6.4.2.7 微孔过滤膜（水相），孔径为 0.45 μ m。

6.4.2.8 针式过滤器，孔径为 0.45 μ m。

6.4.3 试剂和溶液

6.4.3.1 甲醇：色谱纯。

6.4.3.2 缓冲盐水溶液：四丁基溴化铵含量为 4.8g/L，乙酸铵含量为 1g/L。

6.4.3.3 水：经 0.45 μ m 微孔过滤膜（水相）过滤。

6.4.4 色谱分析条件

6.4.4.1 流动相：甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=25:75。

6.4.4.2 波长：240nm。

6.4.4.3 流量：0.8mL/min。

6.4.4.4 进样量：5 μ L。

6.4.4.5 柱温：40 $^{\circ}$ C。

6.4.5 试样溶液的配制

称取试样约 0.05 g(精确至 0.001 g)于 100mL 容量瓶中，加水溶解，并稀释至刻度，于超声波发生器中振荡、充分溶解后备用。进样前用针式过滤器过滤。

6.4.6 测定步骤

可根据不同仪器设备，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。开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，用微量注射器或自动进样器吸取试样溶液注入进样阀中，待最后一个组分流出完毕（见色谱图 1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.4.7 结果计算

间氨基苯磺酸的纯度和对氨基苯磺酸的含量以 w_i 计，按式（2）计算：

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

式中：

A_i —试样中间氨基苯磺酸或对氨基苯磺酸的峰面积数值；

$\sum A_i$ —试样中间氨基苯磺酸及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。如结果小于 0.01%，则保留一位有效数字。

6.4.8 允许差

间氨基苯磺酸纯度两次平行测定结果绝对差值不应大于0.20%，其他有机杂质含量两次平行测定结果之差不应大于0.05%，取其算术平均值作为测定结果。

6.4.9 色谱图

典型的色谱图如图1所示。

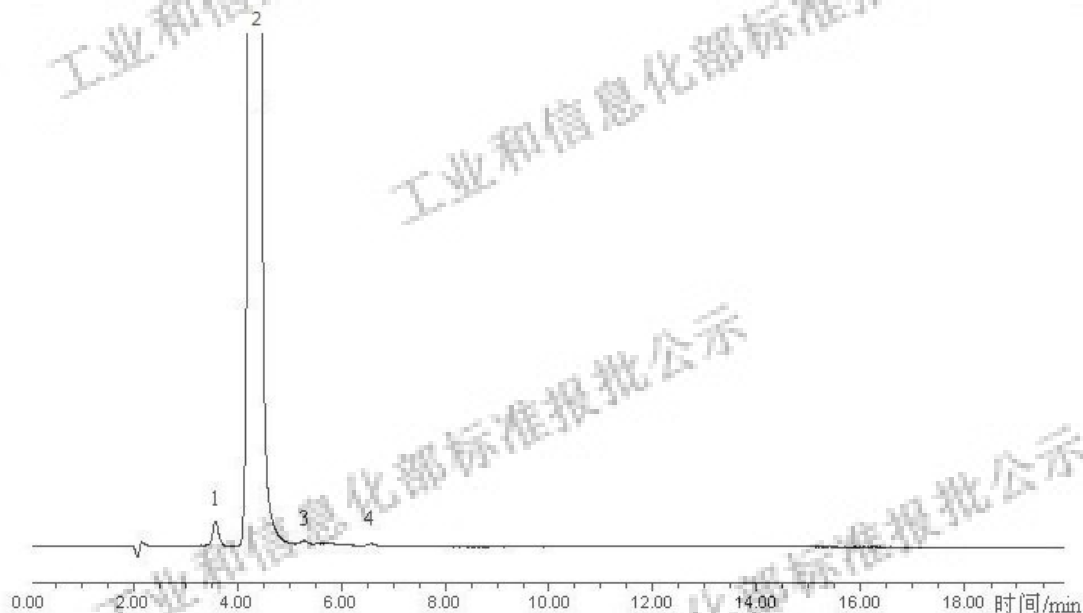


图1 间氨基苯磺酸液相色谱示意图

标引序号说明：

- 1——对氨基苯磺酸；
- 2——间氨基苯磺酸；
- 3——未知物；
- 4——未知物。

6.5 水不溶物质量分数的测定

6.5.1 仪器与试剂

- 6.5.1.1 恒温干燥箱。
- 6.5.1.2 G3 坩埚式过滤器。
- 6.5.1.3 超声波发生器。

6.5.2 测定步骤

按GB/T 2381-2013的规定进行。

称取20g试样（精确至0.0001g）于400mL烧杯中，加200mL蒸馏水超声溶解，用已在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒量的G3坩埚式过滤器过滤，用适量蒸馏水洗涤过滤器至滤液无色，将抽干后的G3坩埚式过滤器取出置于 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温干燥箱中，烘至恒量。

6.5.3 结果计算

水不溶物含量以 w_3 计，按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 —恒量后G3过滤器与不溶物总质量的数值，单位为克（g）；

m_2 —恒量后G3过滤器的质量数值，单位为克（g）；

m_3 —试样的质量数值，单位为克（g）。

结果计算保留到小数点后两位。

6.5.4 允许差

水不溶物含量两次平行测定结果之差的绝对值不应大于0.05%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

6.6 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。取样量 3g~5g，烘干温度 105℃±2℃。

水分两次平行测定结果之差的绝对值不应大于 0.20%（质量分数），取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.7 灰分质量分数的测定

取样量为1.0g（精确至0.0001g），灼烧温度为750℃±2℃，其他按GB/T 21876-2015的规定进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

本文件第 4 章表 1 中规定的所有项目均为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

间氨基苯磺酸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间氨基苯磺酸产品均符合本文件的要求。

7.3 复检

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、运输和贮存

8.1 标志

间氨基苯磺酸的每个包装上都应涂上牢固、清晰标志。

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

间氨基苯磺酸产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、规格和批号。

8.3 包装

间氨基苯磺酸用内衬聚乙烯薄膜的编织袋包装。每袋净含量 $25\text{kg} \pm 0.25\text{kg}$ 或 $40\text{kg} \pm 0.40\text{kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

8.4 运输

间氨基苯磺酸产品应注意防潮、防热、防泄漏，避免日晒雨淋。

8.5 贮存

间氨基苯磺酸应贮存于通风、干燥的库房内，并远离火源和热源。产品保质期三年。
