

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

C. I. 溶剂黑 7 (油溶苯胺黑)

C.I. Solvent Black 7 (Nigrosin oil soluble)

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

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。本文件的发布单位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：青岛海湾精细化工有限公司、浙江蓝宇数码科技股份有限公司、沈化测试技术(南通)有限公司、厦门市翰均科检测科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量检验检测中心。

本文件主要起草人：夏清合、马君庆、郭振荣、冯立、李郭鑫、王明、宋志新、赵志敏。

C.I.溶剂黑 7（油溶苯胺黑）

1 范围

本文件规定了C.I.溶剂黑7（油溶苯胺黑）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C.I.溶剂黑7（油溶苯胺黑）的产品质量控制。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- 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规定
- GB/T 2383—2014 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 化学实验室用水规格和试验方法
- 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 15258 化学品安全标签编写规定
- 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

GB/T 6687界定的术语和定义适用于本文件。

4 要求

C.I.溶剂黑7（油溶苯胺黑）的质量要求应符合表1的规定。

表 1 C. I. 溶剂黑 7（油溶苯胺黑）的质量要求

序号	项目	指标	试验方法
1	外观	黑色均匀粉末	6.2
2	强度（为标准品的）/分	100±3	6.3
3	色光（与标准品）	近似~微	6.3
4	水分的质量分数/%	≤ 3.0	6.4
5	灰分的质量分数/%	≤ 3.0	6.5
6	pH 值	6.0~8.0	6.6
7	细度（通过孔径 150μm 标准筛余物的质量分数）/%	≤ 1.0	6.7
8	总氯的质量分数/%	≤ 3.0	6.8
9	游离苯胺的质量分数/%	≤ 1.00	6.9

5 采样

以批为单位采样，一次拼混均匀的产品为一批。每批采样件数应符合GB/T 6678—2003中7.6的规定。

所采样产品的包装应完好，采样时不应使外界杂质落入产品中，用探管从上、中、下三部分采样，所采样品总量不应少于200g。将采得的样品充分混匀后，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

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。计算结果的修约按GB/T 8170—2008中第3章的规定进行，检验结果的判定按GB/T 8170—2008中4.3.3修约值比较法的规定进行。

6.2 外观的评定

在自然北昼光下目视评定。

6.3 强度和色光的测定

6.3.1 染料标准品

染料标准品为测定色光和强度用的对照品，由供需双方协商确定并共同封存。

6.3.2 试剂和材料

所用试剂和材料应符合GB/T 2374—2017中第3章规定：

- a) 乙醇；
- b) 油酸；
- c) 比色管：50mL具塞比色管；
- d) 容量瓶：50mL、100mL；
- e) 移液管：1mL；
- f) 比色皿：光程10mm。

6.3.3 仪器和设备

所用仪器和设备应符合GB/T 2374—2017中第4章规定：

- a) 分光光度计；
- b) 分析天平：精度0.0001g；
- c) 超声波发生器。

6.3.4 强度的测定

准确称取染料标准品和试样各约0.15g（精确至0.0001g），分别置于100ml烧杯中，各加入乙醇4mL，用玻璃棒调均匀薄浆，再加入油酸10ml，在超声波发生器中溶解20min。溶解完全后转移至100mL容量瓶中，然后用乙醇稀释到刻度摇匀，再用移液管分别吸取染料标准样品和试样溶液0.5mL置于50mL容量瓶中，用乙醇稀释至刻度摇匀。用乙醇为参比溶液，分别测定标准样品和试样溶液在最大吸收波长（约567nm）处的吸光度值。

6.3.5 染料强度的计算

染料强度以*F*计，数值用（分）表示，按式（1）计算：

$$F = \frac{A m_0}{A_0 m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- A* ——试样溶液的吸光度值；
*m*₀ ——标样的质量，单位为克（g）；
*A*₀ ——标样溶液的吸光度值；
m ——试样的质量，单位为克（g）。

6.3.6 允许差

两次平行测定结果之差应不大于两次测定结果算数平均值的2%，取其算数平均值作为测定结果。结果修约到一位小数。

6.3.7 色光的评定

把测定强度用的标样溶液和试样溶液分别倒入具塞比色管中，用乙醇适当调整使标样溶液和试样溶液的吸光度基本一致，以白纸为背景，采用正视比色法按GB/T 2374-2017中第7章规定方法评定色光。

6.4 水分的测定

按GB/T 2386—2014中3.2烘干法的规定进行。

6.5 灰分的测定

灼烧温度： $850^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ，按GB/T 21876—2015中的规定进行。

6.6 pH值的测定

称取染料1g（精确到0.01）加入10mL乙醇调浆，再加入已调节pH=7.0的水90mL，在电磁搅拌上搅拌15min，用已校正的酸度计测定溶液pH值。

测定结果修约到一位小数。

6.7 细度的测定

所用标准筛的孔径为 $150\mu\text{m}$ ，按GB/T 2383—2014的规定进行。

6.8 总氯的测定（燃烧滴定法）

6.8.1 测定原理

试样经燃烧瓶燃烧分解后有机氯转变为无机氯，通过碱溶液吸收后用硝酸银标准滴定溶液滴定，用自动电位滴定仪测定总氯含量。

6.8.2 仪器和设备

仪器和设备应符合GB/T 2374—2017中第4章规定：

- a) 分析天平：精度0.0001g；
- b) 电位滴定仪；
- c) 银电极；
- d) 甘汞电极：带硝酸钾盐桥的甘汞电极；
- e) 燃烧瓶：500mL；
- f) 滤纸：定量滤纸；
- g) 磁力搅拌器。

6.8.3 试剂和溶液

试剂和溶液应符合GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的相关要求：

- a) 氯化钠溶液：0.02mol/L；
- b) 氢氧化钾溶液：100g/L；
- c) 淀粉溶液：100g/L；
- d) 硝酸溶液：硝酸与水的体积比为1:1；
- e) 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.8.4 分析步骤

称取试样约0.1g（精确至0.0001g）于滤纸上，制作成包裹试样的燃烧包。燃烧瓶预先加入50mL水和10mL氢氧化钾溶液，并充满氧气，备用。将折好的样包挂在特制的铂金丝上，点燃后迅速放入燃烧瓶中，盖上塞子并用水封，确保纸样燃烧完全无黑残渣，静置1h。期间，轻轻摇动1~2次使白烟完全吸收，用少量水冲洗塞子和电炉丝，连同吸收液全部移入烧杯。

将试液置于磁力搅拌器上搅拌，依次加入5mL氯化钠溶液，10mL淀粉溶液，10mL硝酸溶液于试液中。用电位滴定仪，用硝酸银标准滴定溶液进行测定，同时做空白试验。

6.8.5 结果计算

总氯的质量分数以 w_1 计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_1 = \frac{c(V-V_0) \times M}{1000m_1} \times 100\% \quad \text{..... (2)}$$

式中：

- c —— 硝酸银标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V —— 滴定消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V_0 —— 空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；
- M —— Cl的摩尔质量数值，单位为克每摩尔（g/mol）， $[M(\text{Cl})=35.46]$ ；
- m_1 —— 试样的质量数值，单位为克(g)。

6.8.6 允许差

两次平行测定结果之差应不大于两次测定结果算术平均值的10%，取其算术平均值作为测定结果。结果修约到一位小数。

6.9 游离苯胺的测定（液相色谱法）

6.9.1 测定原理

用甲醇溶出试样中游离苯胺，采用高效液相色谱法进行分离，紫外检测器进行检测，游离苯胺的含量采用峰面积外标法定量。

6.9.2 仪器设备

6.9.2.1 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±1%；

检测器-可变波长紫外分光检测器或具有同等性能的紫外分光检测器。

6.9.2.2 色谱柱：长为150mm，内径为4.6mm的不锈钢柱，固定相为C18，粒径5 μ m。

6.9.2.3 微量注射器或自动进样器。

6.9.2.4 色谱工作站或积分仪。

6.9.2.5 微孔过滤膜（水相），孔径为0.45 μ m。

6.9.2.6 针式过滤器，孔径为0.45 μ m。

6.9.3 试剂和溶液

6.9.3.1 甲醇，色谱纯。

6.9.3.2 苯胺标准品：含量≥99.0%（质量分数）。

6.9.3.3 乙酸铵水溶液：0.4g/L。

6.9.3.4 水：经微孔过滤膜（水相）过滤。

6.9.4 色谱操作条件

6.9.4.1 流动相：甲醇与乙酸铵水溶液的体积比=50:50。

6.9.4.2 检测波长：230nm。

6.9.4.3 流量：0.8mL/min。

6.9.4.4 柱温：35℃。

6.9.4.5 进样量：20 μ L。

6.9.5 试样溶液配制

称取试样约0.1g(精确至0.0001g)于50mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，混合均匀，于超声波发生器中震荡、脱气、充分溶解提取，冷却至室温，为试样溶液。进样前用针式过滤器过滤。

6.9.6 标样溶液配制

6.9.6.1 标准储备溶液的配制

称取约25 mg（精确至0.0001g）苯胺标样于25 mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度。有效期6个月，4℃冰箱保存。

6.9.6.2 标准工作溶液的配制

吸取2.5 mL标准储备溶液置于25 mL容量瓶中，加甲醇稀释、定容。然后分别吸取0.25 mL、0.50 mL、1.25 mL、2.50 mL、5.00 mL标准工作溶液，用甲醇定容至25 mL。配制成系列标准溶液。

6.9.7 测定步骤

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开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，进试样溶液和系列标准溶液，待出峰完毕后，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。测定系列标准溶液的峰面积，以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。测定试样溶液中游离苯胺的峰面积，根据标准曲线计算游离苯胺的质量分数。

6.9.8 结果计算

游离苯胺的标准曲线方程见式（3），测定溶液中游离苯胺的浓度 ρ 通过公式（3）计算而得：

$$A = k\rho - b \quad \dots\dots\dots (3)$$

试样中游离苯胺的质量分数以 w_2 计，数值以%表示，按式（4）计算：

$$w_2 = \frac{\rho \times V_1 \times n}{m_2 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式（3）和（4）中：

A —— 游离苯胺的峰面积数值；

ρ —— 测定溶液中游离苯胺的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_1 —— 试样溶液定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

n —— 试样溶液再次稀释倍数的数值；

m_2 —— 试样的质量的数值，单位为克（g）；

10^6 —— 单位换算系数。

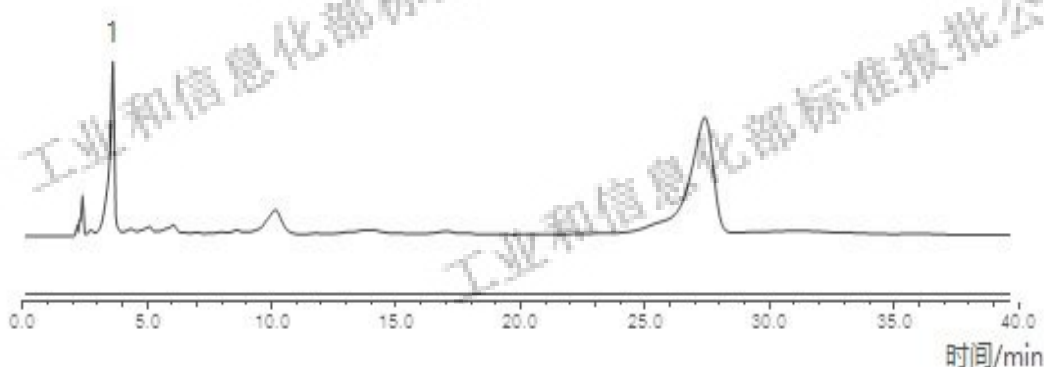
计算结果修约到两位小数。

6.9.9 允许差

游离苯胺含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.05%，取其算术平均值作为测定结果。

6.9.10 色谱示意图

色谱示意图见图1。



标引序号说明：

1——苯胺。

图1 C.1. 溶剂黑7（油溶苯胺黑）液相色谱示意图

7 检验规则

7.1 检验分类

本文件第4章所列的检验项目均为出厂检验项目，应逐批进行检验。

7.2 出厂检验

C.I.溶剂黑7（油溶苯胺黑）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C.I.溶剂黑7（油溶苯胺黑）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要求时，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

C.I.溶剂黑7（油溶苯胺黑）的每个包装容器上都应涂印或粘贴耐久、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

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，以及GB 15258规定的必要安全信息。

8.3 包装

C.I.溶剂黑7（油溶苯胺黑）装于内衬塑料袋的包装容器内，并加密封，每件净含量 $20\text{kg} \pm 0.2\text{kg}$ ，其它包装可与用户协商确定。

8.4 运输

运输时应防止倒置，小心轻放，避免碰撞，不应损坏包装。

8.5 贮存

C.I.溶剂黑7（油溶苯胺黑）应贮存于阴凉、干燥、通风处，防止受潮受热。