

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2280—92

色 酚 AS-G

1992-06-01 发布

1993-01-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

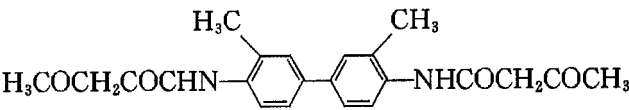
色 酚 AS-G

1 主题内容与适用范围

本标准规定了色酚 AS-G 的技术要求,试验方法,检验规则及包装、标志、贮存和运输等要求。
本标准适用于 3,3'-二甲基联苯胺与双乙烯酮缩合而制得的色酚 AS-G。该产品主要用于棉纤维的染色和印花及涂料和有机颜料工业中。

分子式:C₂₂H₂₄N₂O₄

结构式:



相对分子质量:380.42(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 6679 固体化工产品采样总则
- GB 2374 染料染色测定的一般条件规定
- GB 2381 染料中不溶物含量的测定方法

3 技术要求

色酚 AS-G 应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标	
	一等品	合格品
外观	米色至浅灰色均匀粉末	
色酚 AS-G 含量,% ≥	98.0	97.0
在棉纤维上与大红色基 G 重氮盐偶合所生成的色光	与标准品近似~微	
在棉纤维上与大红色基 G 重氮盐偶合所生成的强度,分	为标准品的 100	
碱不溶物含量,% ≤	0.5	

4 试验方法

4.1 外观

采用目视法测定。

4.2 色酚 AS-G 含量的测定

4.2.1 原理

色酚 AS-G 在酸性条件下水解,生成 3,3'-二甲基联苯胺后,在酸性条件下与亚硝酸钠定量地进行重氮化反应,过量的亚硝酸钠用碘离子检出,用以判定终点。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 95%乙醇(GB 679):化学纯;

4.2.2.2 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

4.2.2.3 溴化钾(GB 649)溶液:100g/L;

4.2.2.4 氢氧化钠(GB 629)溶液:化学纯,350g/L;

4.2.2.5 亚硝酸钠(GB 633)标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{mol/L}$;按 GB 601 的要求配制,标定时终点用碘化钾淀粉试纸检验。

4.2.2.6 碘化钾淀粉试纸:按 GB 603 中 4.2.3 配制。

4.2.3 测定步骤

称取色酚 AS-G 试样约 0.5g(精确至 0.000 2g)置于 250mL 磨口锥形瓶中,加入乙醇(4.2.2.1) 4mL 和氢氧化钠溶液(4.2.2.4) 0.3mL,加热溶解后,加盐酸溶液(4.2.2.2) 50mL,接上冷凝管,加热回流至溶液完全澄清。用 50mL 蒸馏水冲洗冷凝管,将溶液转入 400mL 烧杯中,锥形瓶用 100mL 蒸馏水分两次洗涤。洗液并入烧杯中,加入溴化钾溶液(4.2.2.3) 15mL,以冰水稀释,使总体积为 300mL,保持 5~10℃,用亚硝酸钠标准滴定溶液(4.2.2.5)滴定至试液使碘化钾淀粉试纸(4.2.2.6)呈浅蓝色,5min 后用同样方法检验,仍呈微蓝色即为终点。于同样条件下做一空白试验。

色酚 AS-G 的质量百分含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c \times 0.1902}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——滴定所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

V_0 ——空白试验所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——色酚 AS-G 试样的质量,g;

0.1902——与 1.00mL 亚硝酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaNO}_2)=1.000\text{mol/L}$] 相当的、以克表示的色酚 AS-G 的质量。

计算结果保留两位小数。两次平行测定结果之差不大于 0.3%,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.3 在棉纤维上与大红色基 G 重氮盐偶合所生成的色光及强度的测定

4.3.1 试剂和溶液

4.3.1.1 95%乙醇(GB 679):化学纯;

4.3.1.2 无水碳酸钠(GB 639):化学纯;

4.3.1.3 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

4.3.1.4 氢氧化钠(GB 629)溶液:化学纯,350g/L;

4.3.1.5 亚硝酸钠(GB 633)溶液:化学纯,100g/L;

4.3.1.6 乙酸钠(GB 693)溶液:化学纯,100g/L;

4.3.1.7 氯化钠(GB 1266)溶液:100g/L;

4.3.1.8 冰乙酸(GB 676)溶液:100g/L;

4.3.1.9 土耳其红油碱溶液:量取土耳其红油(工业品,50%) 20mL,氢氧化钠溶液 3mL,用蒸馏水稀释到 1 000mL;

4.3.1.10 皂液:中性皂(工业品,含脂肪酸 60%) 5g,无水碳酸钠 3g,溶于 1 000mL 蒸馏水中。

4.3.2 测定步骤

4.3.2.1 打底液的配制

准确称取色酚 AS-G 试样及标准品各 1.000g，分别置于 500mL 烧杯中，加乙醇(4.3.1.1)2mL，调成浆状，加氢氧化钠溶液(4.3.1.4)0.6mL，充分调匀，使试样完全溶解，然后用土耳其红油碱溶液(4.3.1.9)稀释至 500mL。

于 4 只 300mL 染缸中，按表 2 规定配成打底液。

表 2				mL
染 缸 编 号	1	2	3	4
打 底 液 组 分				
1g/500mL 试样溶液	100	—	—	—
1g/500mL 标准品溶液	—	95	100	105
土耳其红油碱溶液	100	105	100	95

浴比:1 : 20

4.3.2.2 打底操作

将四绞各重 10g 的干燥棉纱(或棉布)顺序浸入打底液中，勤加翻动，保持打底温度为 25~30℃，打底 30min。将棉纱取出均匀绞干，使含湿率为 90%~100%(若为棉布则取出后应在轧染机上均匀轧过，并使含湿率为 90%~100%，但在轧染前应预先用色酚 AS-G 碱溶液将轧滚冲洗一遍)，然后迅速进行显色。

4.3.2.3 显色液的配制

称取大红色基 G 约 1g(精确至 0.000 2g)置于 1 000mL 烧杯中，加盐酸溶液(4.3.1.3)4mL，调成浆状，加入少量沸蒸馏水，充分搅拌使之全部溶解(必要时可在水浴上加热)，加蒸馏水 40mL，置于冰水浴中冷却，保持 5~10℃，在搅拌下加入亚硝酸钠溶液(4.3.1.5)6mL，重氮化 20min(重氮化后溶液用碘化钾淀粉试纸试验应呈微蓝色，刚果红试纸应呈蓝色)加乙酸钠溶液(4.3.1.6)10mL 中和，然后加入氯化钠溶液(4.3.1.7)80mL，乙酸钠溶液(4.3.1.6)40mL 和冰乙酸溶液(4.3.1.8)20mL，最后用蒸馏水稀释至 800mL。

4.3.2.4 显色操作

将已打底的四绞棉纱(或棉布)同时浸入显色液中，勤加翻动，保持温度 25~30℃，显色 30min，取出绞干，洗净，在皂液(4.3.1.10)中(按浴比 1 : 20)煮沸 10min，取出用清水洗净，绞干，置于 60~70℃烘箱中烘干或在空气中晾干，然后进行目光鉴定。

4.4 碱不溶物含量的测定

碱不溶物的测定按 GB 2381 中第 3 章的规定进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 出厂检验

色酚 AS-G 应由生产厂技术检验部门根据本标准的规定进行检验，生产厂应保证所有出厂的色酚 AS-G 都符合本标准的要求，每批出厂的色酚 AS-G 都应附有一定格式的质量证明书。

5.3 用户验收

使用单位有权按照本标准的要求，对所收到的色酚 AS-G 进行检验，检验其是否符合本标准的要求。

5.4 取样方法

按 GB 6678 的规定确定取样单元数，取样时从打开的桶中，用探管从上、中、下各处取等量试样，取

样总量不得少于 500g。将所取样品仔细混匀后,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中,用石蜡密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名称,产品名称,批号和取样日期。一瓶用于检验,一瓶保存备查。

5.5 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中选取色酚 AS-G 试样进行复验,复验的结果,即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批色酚 AS-G 不能验收。

5.6 仲裁

当供需双方对产品质量发生异议,经双方协商无法解决时,应由双方议定的仲裁机构进行仲裁检定。仲裁时应当按照本标准规定的试验方法进行仲裁分析。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 色酚 AS-G 包装于内衬塑料袋的铁桶内,每桶净重 20kg 或 25kg。

6.2 外包装上应涂刷牢固标志,注明生产厂名称、产品名称、商标、标准编号、质量等级、生产日期、批号和净重。

6.3 每批包装好的成品,都应附有一定格式的质量证明书及产品质量符合本标准规定的字样。

6.4 色酚 AS-G 应贮存于干燥通风处,避免日晒。运输时,小心轻放,防止受热受潮。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院和南通醋酸化工厂负责起草。

本标准主要起草人杨杰民、宣谓澄、谈介农。