

防 染 盐 S

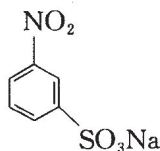
代替 HG 2—379—80

1 主要内容与适用范围

本标准规定了防染盐 S 的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于以苯为原料而制得的间硝基苯磺酸钠(称为防染盐 S)。

结构式:



分子式: $C_6H_4O_5NSNa$

相对分子质量: 225.15 (按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

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 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 2386 染料及染料中间体水分的测定方法

3 技术要求

防染盐 S 的质量应符合下表要求。

表 1

项 目	指 标
外观	黄色无定形颗粒或粉状物
含量, % $\geq$	90.0
pH 值	7~9
水不溶物含量, % $\leq$	0.2
钙盐含量(以钙离子计), % $\leq$	0.6
水分, % $\leq$	3.0

4 试验方法

测定中所需标准溶液、杂质标准液、制剂及制品按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 外观的测定

目视评定。

4.2 含量测定

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 盐酸(GB/T 622):分析纯,36%~38%;

4.2.1.2 锌粉:分析纯;

4.2.1.3 盐酸溶液(GB/T 622):分析纯,1+100;

4.2.1.4 溴化钾溶液(GB/T 649):分析纯,100g/L;

4.2.1.5 亚硝酸钠(GB/T 633)标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.2\text{mol/L}$ 。按 GB/T 601 规定配制,用碘化钾淀粉试纸标定;

4.2.1.6 碘化钾-淀粉试纸,按 GB/T 603 中规定制备。

4.2.2 测定步骤:称取防染盐 S 试样 2g(精确至 0.000 2g)于 500mL 烧杯中,加水 250mL 溶解,加盐酸(4.2.1.1)30mL,搅拌情况下分次加入锌粉(4.2.1.2)共 7g,加毕后继续搅拌 30min 过滤,滤渣用 100mL 盐酸溶液(4.2.1.3)分四次洗涤,滤液与洗液合并,再加入盐酸(4.2.1.1)10mL 和溴化钾溶液(4.2.1.4)10mL,在冰浴中冷却至 5℃左右,用亚硝酸钠标准滴定溶液(4.2.1.5)滴定。在滴定时应将滴定管尖端插入溶液内约 10mm 处,在搅拌下进行滴定,近终点时管尖离开液面,用少量水洗涤,洗液并入溶液中,继续缓缓滴定,用玻璃棒蘸取液滴在碘化钾淀粉试纸上,如发现微蓝色,经 5min 后用同样方法试验,仍出现微蓝色即为终点,同时作一空白试验。

防染盐 S 质量百分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \times 0.2252}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——测定试样耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.2252——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、以克表示的防染盐 S 的质量。

平行测定的差值不大于 0.4%, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.3 pH 值的测定

4.3.1 材料和仪器

4.3.1.1 酸度计

4.3.1.2 蒸馏水: pH7

4.3.2 测定步骤:称取防染盐 S 试样 1g(精确至 0.001g)于烧杯中,加蒸馏水 100mL,搅拌使其溶解,在室温下用酸度计测定。

4.4 水不溶物含量测定

4.4.1 仪器和试剂

4.4.1.1 坩埚式滤器, 3 号

4.4.1.2 蒸馏水, pH7

4.4.2 测定步骤:

称取防染盐 S 试样 2g(精确至 0.001g)于烧杯中,加水 600mL 在室温下溶解后,在恒重的 3 号坩埚式滤器中减压过滤,滤渣用蒸馏水洗涤至洗液呈无色为止,在烘箱中于 100~105℃烘至恒重。

水不溶物的质量百分数 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_2 ——坩埚式滤器连同水不溶物的质量, g;

m_1 ——坩埚式滤器的质量, g;

m ——试样的质量, g。

平行测定的差值不大于 0.05%, 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.5 钙盐含量的测定

4.5.1 试剂和溶液

4.5.1.1 蒸馏水: pH7;

4.5.1.2 盐酸溶液(GB/T 622): 分析纯、1+4;

4.5.1.3 氨水溶液(GB/T 631): 分析纯、1+10;

4.5.1.4 氨-氯化铵缓冲溶液: pH10;

4.5.1.5 乙二胺四乙酸钠(EDTA)(GB/T 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.1\text{mol/L}$

4.5.1.6 铬黑 T 指示剂。

4.5.2 测定步骤: 称取防染盐 S 试样 2g(精确至 0.000 2g)于 100mL 烧杯中, 加水溶解, 转移至 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 用移液管吸取 10mL 溶液于 250mL 三角瓶中, 加盐酸溶液(4.5.1.2)1mL, 蒸馏水(4.5.1.1)100mL 摇匀备用, 用氨水溶液(4.5.1.3)中和至 pH7-8, 加氨-氯化铵缓冲液(4.5.1.4)10mL, 铬黑 T 指示剂(4.5.1.6)3~4 滴, 用 EDTA 标准滴定溶液(4.5.1.5)滴定至溶液由紫色变成蓝色即为终点。

钙离子的质量百分数 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c \cdot V \times 0.040\ 08}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——耗用 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.040 08——与 1.00mL 乙二胺四乙酸钠(EDTA)标准溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的钙离子的质量。

平行测定的差值不大于 0.05%, 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.6 水分含量测定:

按 GB/T 2386 方法中第二项规定进行。

水分的质量百分数 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_3 ——干燥前称量瓶连同试样的质量, g;

m_4 ——干燥后称量瓶连同试样的质量, g;

m ——试样的质量, g。

平行测定的差值不大于 0.2%, 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5 检验规则

本标准技术要求表中规定的全部项目为出厂检验项目。

5.1 取样方法

5.1.1 按每批的 10% 袋数进行取样, 批量少于 10 袋时取样不少于 3 袋。

5.1.2 取样时应避免杂质混入样品中, 用取样器从袋的上、中、下三部分分别取样, 将所取样品混合均匀后, 从中取出约 100g 分别装入两个洁净、干燥的塑料瓶中, 盖紧密封, 瓶上粘贴标签, 注明: 生产厂名称、样品名称、批号、生产日期、取样日期等。一瓶供检验, 另一瓶作备查。

5.2 生产厂检验

产品出厂应由生产厂质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂产品符合本标准要求,并附有一定格式的质量证明书和标准编号。

5.3 用户检验

使用单位可按本标准对所收到的防染盐 S 产品的各项质量指标进行校验,检验其是否符合本标准的要求。

5.4 复检

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应按原抽样量的二倍量取样复验,复检结果仍有一项不符合本标准规定时,则整批产品不能验收。

5.5 仲裁

当供需双方对产品质量发生异议时,仲裁机构可由双方协商决定。仲裁时应按本标准规定检验。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 包装上必须涂刷牢固标志,标明生产厂名称、产品名称、商标、地址、批号、标准编号、净重和生产日期,并有明显的“远离火源”、“避免撞击”、“小心轻放”等安全注意事项。

6.2 产品装于内衬双层塑料袋的编织袋中,每袋净重为 25kg。

6.3 每袋上应系有产品合格证,内容包括生产厂厂名、产品名称、批号、规格、检验结论及检验员代号章。

6.4 运输中应注意防潮,装卸时应小心轻放,避免撞击,不得抛掷。

6.5 本品存放于阴凉、干燥通风处,并避免日晒,远离热源、火源、酸等。贮存期为二年。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院归口。

本标准由上海中利化工厂负责起草。

本标准主要起草人杨明达、蔡玉妹。