

ICS 71.100.01;87.060.10
G 57

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2279—2000

4,4'-二氨基二苯乙烯-2,2'-二磺酸 (DSD 酸)

4,4'-Diaminostibene-2,2'-disulfonic acid (DSD Acid)

2000-06-05 发布

2001-03-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

备案号:7499—2000

HG/T 2279—2000

前 言

本标准是等效采用日本工业标准 JIS K 4158—1995《4,4'-二氨基二苯乙烯-2,2'-二磺酸》，对化工行业标准 HG/T 2279—1992《4,4'-二氨基二苯乙烯-2,2'-二磺酸(DSD 酸)》进行修订而成。控制项目与技术指标的确定主要根据国内外用户需要和国内生产的实际情况。

本标准与 JIS K 4158—1995 的主要差异是：

——日本工业标准只有一个干品规格；本标准分为干品和潮品两种规格。

——日本工业标准只有一个等级；本标准干品分为优等品、一等品两个等级，潮品分为一等品、合格品两个等级。

——日本工业标准采用液相色谱法分析苳基物含量；本标准采用纸层析法分析苳基物含量。

——本标准增加了色度、碱不溶物项目和技术指标。

本标准与 HG/T 2279—1992 的主要差异是：

——增加干品规格。分为：优等品、一等品两个等级。

——设总氨基值、苳基物含量、水分含量、碱不溶物含量、色度、灰分含量等七个项目。

——对潮品的总氨基值、干品总氨基值的技术指标进行了修改，降低了苳基物含量的技术指标。

——增加了色度的指标。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起，同时代替 HG/T 2279—1992。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：沈阳化工研究院、中国化工建设总公司华煜化工厂、江苏淮化集团有限公司、河南省安阳荧迪化工有限责任公司。

本标准主要起草人：沈日炯、戈建华、朱立家、程德文、石君伟。

本标准首次发布于 1982 年，于 1992 年第一次修订。

本标准由全国染料标准化技术委员会秘书处负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2279—2000

4,4'-二氨基二苯乙烯-2,2'-二磺酸(DSD 酸)

代替 HG/T 2279—1992

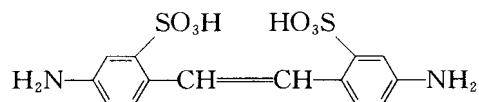
4,4'-Diaminostibene-2,2'-disulfonic acid (DSD Acid)

1 范围

本标准规定了 4,4'-二氨基二苯乙烯-2,2'-二磺酸(DSD 酸)的要求、采样、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于由对硝基甲苯经过磺化、空气氧化、还原而制得的 DSD 酸。该产品主要用于染料和荧光增白剂工业中。

结构式：



分子式： $C_{14}H_{14}S_2O_6N_2$

相对分子质量：370.41(按 1997 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 2386—1980 染料及染料中间体水分的测定方法
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696 : 1987)
- GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
- GB/T 7531—1987 有机化工产品灰分的测定

3 要求

DSD 酸的质量应符合表 1 的要求。

表1 DSD 酸的质量要求

项 目		指 标			
		潮 品		干 品	
		一等品	合格品	优等品	一等品
外观		淡黄色膏状物		淡黄色粉末	
总氨基值(按自然商品剂型总重氮值计),%	≥	50.0	47.0	96.0	95.0
干品总氨基值(按烘干样品总重氮值计),%	≥	95.0	94.0	—	—
4,4'-二氨基联苯-2,2'-二磺酸(简称苯基物)含量(以 100% DSD 酸计),%	≤	0.50	0.50	0.25	0.50
水分含量, %	≤	—	—	1.5	2.0
碱不溶物含量(以 100% DSD 酸计), %	≤	0.10	0.10	0.05	0.10
色度[ΣOD=OD(440 nm)+OD(460 nm)+OD(500 nm)]	≤	0.20	0.25	0.10	0.20
灰分含量, %	≤	—	—	2.0	3.0

4 采样

以批为单位采样,潮品产品从每批产品的 100%袋(或桶)中取样,干品按 GB/T 6678—1986 中 6.6 规定的采样单元数采样。所采样品的包装必须完好,采样时勿使外界杂质落入产品中,用取样器从袋(或桶)的上、中、下三部分取样,所取样品总量:潮品不得少于 1 000 g,干品不得少于 500 g。将所取样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥的磨口瓶中,瓶上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、批号、取样日期、地点。一瓶供检验,一瓶用石蜡密封,保存备查。

5 试验方法

除另有说明,本标准中所用试剂均指分析纯试剂;试验用水应符合 GB/T 6682 中的三级水规格;本标准中所需标准溶液、制剂及制品均按 GB/T 601、GB/T 603 中的有关规定制备;检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中修约值比较法进行。

5.1 外观

外观采用目视测定。

5.2 总氨基值的测定

5.2.1 方法提要

采用反重氮化法。在无机酸存在下,DSD 酸与亚硝酸钠定量进行重氮化反应,测定 DSD 酸的总氨基值。

5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 盐酸:化学纯。

5.2.2.2 无水碳酸钠溶液:化学纯,100 g/L。

5.2.2.3 溴化钾溶液:化学纯,100 g/L。

5.2.2.4 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.2.2.5 淀粉-碘化钾试纸。

5.2.3 测定步骤

称取潮品试样 8~10 g 或干品试样 4~5 g(精确至 0.001 g),置于 300 mL 烧杯中,加 100 g/L 碳酸钠溶液 30 mL 及少量蒸馏水打成浆状,再以蒸馏水溶解,然后移入 500 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀备用。

取上述试样溶液 50 mL,置于 600 mL 烧杯中,加入蒸馏水 450 mL 及 100 g/L 溴化钾溶液 10 mL,在 15~30℃时,估计样品的纯度一次加入预计量的亚硝酸钠标准滴定溶液,在急剧搅拌下,一次加入 20 mL 盐酸,搅匀后,用淀粉-碘化钾试纸试之,应不呈蓝色,继续滴加亚硝酸钠标准滴定溶液,直至试样溶液对淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色,并保持 5 min 不变为终点。补加的亚硝酸钠标准滴定溶液不应超过 1 mL(超过 1 mL 时,不能进行计算,需吸样重做,直到符合要求)。

在同一条件下做一空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的 DSD 酸总氨基值 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 0.1852 \times 100}{m \times \frac{50}{500}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——测定消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.1852——与 1.00 mL 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 DSD 酸的质量;

m ——试样的质量, g。

两次平行测定结果之差不大于 0.2%。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.3 干品总氨基值的测定

5.3.1 含固量的测定

用烘至恒重的 60 mm×30 mm 扁型称量瓶称取潮品试样约 10 g(精确至 0.001 g),置于烘箱中,在 100~105℃下烘至恒重。试样研碎用于苯基物含量的测定。

5.3.2 DSD 酸含固量的计算

以质量百分数表示的 DSD 酸含固量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——烘干后试样的质量, g;

m_0 ——烘干前试样的质量, g。

5.3.3 干品总氨基值的计算

以质量百分数表示的 DSD 酸干品总氨基值 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{X_1}{X_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_2 ——以质量百分数表示的 DSD 酸含固量, %;

X_1 ——以质量百分数表示的 DSD 酸(自然商品剂型)的总氨基值, %。

5.4 干品 DSD 酸水分的测定

5.4.1 测定步骤

用烘至恒重的 60 mm×30 mm 扁型称量瓶称取干品试样约 2 g(精确至 0.001 g)置于烘箱中,在 100~105℃下烘至恒重。

5.4.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的干品 DSD 酸水分含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_3 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_3 ——烘干前试样的质量, g;

m_2 ——烘干后试样的质量, g。

5.5 苄基物含量的测定

5.5.1 方法原理

采用纸层析法¹⁾,利用被分析物质各组分分子对于流动相和固定相的相对亲和性的差异,而使各组分分离,在参比标准对照下,判定异构物含量。

5.5.2 仪器和材料

5.5.2.1 方型层析缸(或标本缸)。

5.5.2.2 微量进样器,10 μL 。

5.5.2.3 层析滤纸,1 号中速滤纸。

5.5.2.4 三角玻璃喷瓶。

5.5.3 试剂和溶液

5.5.3.1 无水乙醇。

5.5.3.2 盐酸。

5.5.3.3 氯化钠水溶液:200 g/L。

5.5.3.4 氨水溶液:1+9。

5.5.3.5 DSD 酸精制品:制法见附录 A。

5.5.3.6 苄基物:标准品,统一提供。

5.5.4 苄基物标准系列和样品溶液的配制

5.5.4.1 苄基物标准系列溶液的配制

称取苄基物标准品 0.25 g(精确至 0.001 g),置于 50 mL 棕色容量瓶中,用氨水溶解并稀释至刻度。用 1 mL 刻度吸液管分别吸取上述溶液 0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL、1.5 mL,置于五个 10 mL 容量瓶中,分别加入精制 DSD 酸 0.50 g(精确至 0.001 g),然后用氨水溶解并稀释至刻度,即配成相当于 DSD 酸样品中苄基物含量为 0.25%、0.50%、0.75%、1.00%、1.50%的标准系列溶液。此标准溶液有效期 20 天。

5.5.4.2 DSD 酸样品溶液的配制

称取折成 100%的试样 0.50 g(精确至 0.001 g),置于 10 mL 棕色容量瓶中,用氨水溶解并稀释至刻度。

5.5.5 展开

取一张长、宽各 200 mm 的层析滤纸,距下端 25 mm 处用铅笔轻划一线,在线上每隔 20 mm 用铅笔作一标记,在暗处用微量进样器分别点上述苄基物标准系列溶液和 DSD 酸试样溶液各 2 μL 于标记处。在暗处放置,使斑点晾干,然后放入盛有 200 g/L 氯化钠溶液的层析缸中(注意避光),用上升法展开,当前沿上升到距起始线约 120 mm 时(大约 1 h)取出滤纸。

5.5.6 显色

称取对二甲氨基苯甲醛 0.5 g 置于 100 mL 棕色容量瓶中,加盐酸 2.5 mL,以无水乙醇溶解并稀释至刻度,置于三角玻璃喷瓶中备用。

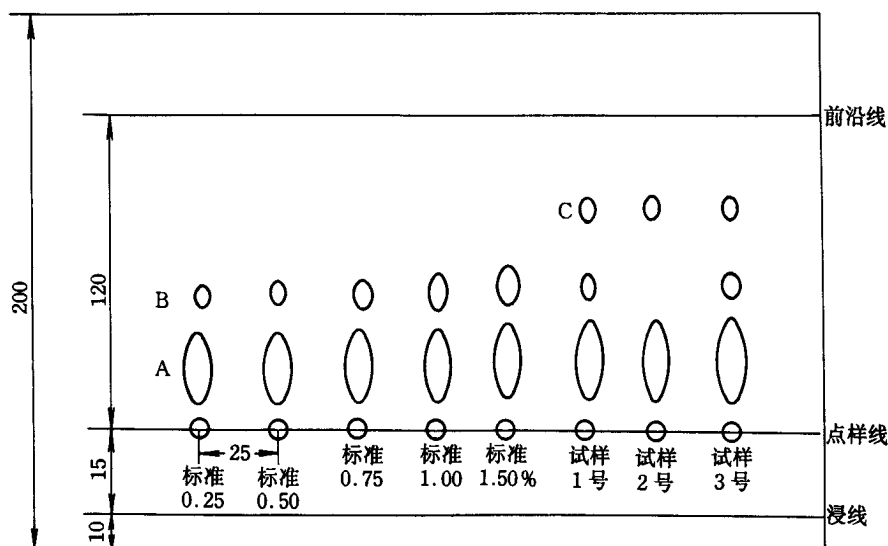
将展开后的色层纸于 50~60℃烘干,即可用上述对二甲氨基苯甲醛溶液喷雾显色。

5.5.7 结果判定

在比较亮的自然光线下,目视观察(见图 1)展开显色后的试样溶液斑点和苄基物标样系列溶液斑点的大小和颜色的深浅,来判断试样中苄基物的含量。

采用说明:

1) 日本工业标准采用液相色谱法分析苄基物含量。



A—DSD 酸斑点;B—苄基物斑点;C—未知物斑点

图1 DSD 酸中苄基物纸上层析示意图

5.6 碱不溶物含量的测定

5.6.1 试剂和材料

无水碳酸钠溶液;化学纯,100 g/L。

G₃ 过滤器。

5.6.2 测定步骤

称取潮品试样约 20 g 或干品试样约 10 g (精确至 0.1 g), 置于 400 mL 烧杯中, 加蒸馏水 100 mL 打成浆状, 再加入 100 g/L 碳酸钠溶液 100 mL, 搅拌至试样全部溶解后, 用在 100~105℃ 干燥并恒重的 G₃ 过滤器过滤, 并用蒸馏水洗涤滤渣至洗液对 pH 试纸不呈碱性反应为止。将 G₃ 过滤器在 100~105℃ 烘箱中烘至恒重。

5.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的碱不溶物含量(X₆)按式(5)计算:

$$X_6 = \frac{m_6 - m_4}{m_6 X_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: m₆——烘干后 G₃ 过滤器和不溶残渣总质量, g;

m₄——烘至恒重的空 G₃ 过滤器的质量, g;

m₆——DSD 酸试样的质量, g;

X₁——以质量百分数表示的 DSD 酸(自然商品剂型)总氨基值, %。

5.7 色度的测定

5.7.1 方法原理

根据 Lambert-Beer 定律, 当试样厚度(光程)固定时, 入射光波长和其他条件保持不变, 则在一定浓度范围内所测的吸光度与溶液内待测物质的浓度成正比。

5.7.2 仪器、设备

5.7.2.1 分光光度计: 国产 721 型分光光度计或与之性能相当的其他型号的分光光度计。

5.7.2.2 石英比色皿: 10 mm。

5.7.2.3 容量瓶: 棕色, 100 mL、1 000 mL。

5.7.3 试剂和材料

5.7.3.1 无水碳酸钠。

5.7.3.2 四硼酸钠。

5.7.4 稀释溶液的配制

称取无水碳酸钠 5.0 g 和四硼酸钠 19.0 g (精确至 0.1 g), 放入 100 mL 烧杯中, 用少量蒸馏水溶解, 移入 1 000 mL 棕色容量瓶中, 然后用蒸馏水稀释至刻度摇匀备用。

5.7.5 测定步骤

称取按总氨基值折成 100% 的试样 0.5 g (精确至 0.000 1 g), 用上述稀释液将试样溶解, 然后移入 100 mL 棕色容量瓶中, 稀释至刻度。

以纯水为参照物, 用 10 mm 石英比色皿, 在 30 min 内用分光光度计分别测定试样溶液在 440 nm、460 nm、500 nm 滤长处的吸光度。

5.7.6 分析结果的表述

色度(ΣOD)按式(6)计算:

$$\Sigma OD = OD(440 \text{ nm}) + OD(460 \text{ nm}) + OD(500 \text{ nm}) \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: $OD(440 \text{ nm})$ ——440 nm 处的吸光度;

$OD(460 \text{ nm})$ ——460 nm 处的吸光度;

$OD(500 \text{ nm})$ ——500 nm 处的吸光度。

5.8 灰分含量的测定

按 GB/T 7531《有机化工产品灰分的测定》的规定进行。称取干品试样 2 g (精确至 0.000 1 g), 放入经 600~700℃ 加热烘至恒重的瓷坩埚中, 在电炉上缓缓加热使之炭化, 放至室温后加入 0.5 mL 硫酸, 再次在电炉上加热使硫酸挥发, 然后移入高温炉中在 600~700℃ 炭化灼烧至恒重, 再移至干燥器(干燥剂为硅胶)中冷却, 50 min 后称量。

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 生产厂检验

DSD 酸应由生产厂的质检部门根据本标准的要求进行检验, 生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.3 用户验收

使用单位有权按照本标准的规定对收到的 DSD 酸进行检验, 检验其是否符合本标准的要求。

6.4 复验

如检验结果中有一项指标不符合本标准要求, 应重新采样进行复检。复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求, 则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

DSD 酸包装桶(袋)上应有牢固清晰的标志, 注明生产厂名称、厂址、产品名称、注册商标、标准编号、批号、生产日期、毛重和净重。产品的每个包装都应附有一定格式的标签, 内容包括: 生产厂名称、产品名称、商标、产品质量符合标准要求的证明和标准编号。

7.2 包装

DSD 酸用内衬塑料袋三合板桶或编织袋包装, 封闭要严密, 每件净重 50 kg, 其他包装可与客户协商另定。

7.3 运输、贮存

按有机化学品规定贮存和运输。运输过程中应防雨、防晒、防止碰破和压坏包装,避免产品直接暴露于空气中,防止变质。产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。

附录 A
(标准的附录)

DSD 酸精制和检验方法

A1 DSD 酸精制方法¹⁾

A1.1 试剂和溶液

A1.1.1 氯化钠:化学纯。

A1.1.2 DSD 酸:工业品。

A1.1.3 活性炭:工业品。

A1.1.4 氢氧化钠溶液:化学纯,400 g/L。

A1.1.5 氯化钠溶液:化学纯,100 g/L。

A1.1.6 盐酸溶液:化学纯,1+1。

A1.2 精制步骤

称取 DSD 酸潮品 200 g,加蒸馏水 500 mL,用氢氧化钠溶液调到 pH=8,使之全部溶解,加活性炭 15 g,升温到 90℃过滤。滤液按体积 10%加入氯化钠,搅拌使之全部溶解后,外浴降温到 25~30℃过滤。滤液用 100 g/L 的氯化钠溶液 100 mL 分四次洗涤。滤饼用 1 200 mL 蒸馏水溶解,用 1+1 盐酸调到 pH=2 过滤,滤饼以 100 mL 蒸馏水洗涤两次,抽干,于 100~105℃烘干、研碎²⁾。

A2 检验方法和质量要求

检验方法:按 5.2、5.5 和 5.7 进行。

质量要求:氨基值大于等于 98%,纸色层检验:DSD 酸斑点以上应无其他杂质,色度(ΣOD)小于等于 0.10。

注:

1) 选择苯基物较少和色度较低的批次进行精制。

2) 如精制品不符合 A2 质量要求,可脱色、盐析两次。即将第一次钠盐潮品再用 400 mL 蒸馏水加热溶解,用活性炭脱色过滤,按体积 10%加入氯化钠,析出结晶过滤后进行溶解、酸析、过滤。