



中华人民共和国国家标准

GB/T 21896—2019
代替 GB/T 21896—2008

2-萘胺-1,5-二磺酸(磺化吐氏酸)

2-Naphthylamine-1,5-disulfonic acid(sulfonic Tobias acid)

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 21896—2008《2-萘胺-1,5-二磺酸(磺化吐氏酸)》。与 GB/T 21896—2008 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了标准适用范围(见第 1 章,2008 年版的第 1 章);
- 增加了 CAS 编号(见第 1 章);
- 修改了盐析磺化吐氏酸潮品的 2-萘胺-1,5-二磺酸质量分数(氨基值)的指标(见第 3 章,2008 年版的第 3 章);
- 增加了盐析磺化吐氏酸潮品的 2-萘胺-1,5-二磺酸纯度和异构体指标(见第 3 章);
- 增加了采样时产品包装的要求(见第 4 章,2008 年版的第 4 章);
- 修改了外观的评定方法(见 5.2,2008 年版的 5.2);
- 修改了 2-萘胺-1,5-二磺酸纯度测定方法中的色谱条件(见 5.4.4,2008 年版的 5.4.4)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位:内蒙古新亚化工有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人:李新勇、杨杰民、高兰、薛岩、蒲爱军、赵志敏、王明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 21896—2008。

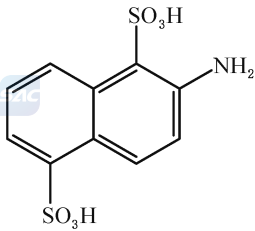
2-萘胺-1,5-二磺酸(磺化吐氏酸)

1 范围

本标准规定了 2-萘胺-1,5-二磺酸(磺化吐氏酸)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。

本标准适用于 2-萘胺-1,5-二磺酸产品的质量控制。

结构式：



分子式: $C_{10}H_9NO_6S_2$

相对分子质量: 303.31(按 2017 年国际相对原子质量)

CAS 编号.: 117-62-4

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

2-萘胺-1,5-二磺酸的质量要求见表 1。

表 1 2-萘胺-1,5-二磺酸的质量要求

序号	项 目	指 标			试验方法 章条号
		酸析磺化吐氏酸	盐析磺化吐氏酸		
			干品	潮品	
1	外观	白色颗粒或 灰白色颗粒	白色粉末	白色颗粒或 粉白色颗粒	5.2

表 1 (续)

序号	项 目	指 标			试验方法 章条号
		酸析磺化吐氏酸	盐析磺化吐氏酸		
			干品	潮品	
2	2-萘胺-1,5-二磺酸的质量分数(氨基值)/%	≥70.00	≥80.00	≥67.00	5.3
3	2-萘胺-1,5-二磺酸的纯度/%	≥95.00	≥95.00	≥95.00	5.4
4	异构体的含量/%	≤5.00	≤5.00	≤5.00	5.4
5	水不溶物的质量分数/%	≤0.10	≤0.10	≤0.10	5.5
6	总酸度(以 H ₂ SO ₄ 计)的质量分数/%	—	≤15.0	≤13.0	5.6
7	溶解度(以氨基值计)/(g/L)	≥650	—	—	5.7

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。潮品从每批产品的 100% 包装中取样。粉状和颗粒产品的采样数应符合 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。采样时用不锈钢采样器采取包括上、中、下三部分的样品,所采样品总量潮品应不少于 1 000 g,粉状和颗粒产品采样总量应不少于 500 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好带磨口塞的避光广口瓶中,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。

5 试验方法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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。

5.1 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。

5.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.3 2-萘胺-1,5-二磺酸质量分数(氨基值)的测定

5.3.1 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下与亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 盐酸溶液:盐酸与水的体积比为 1 : 1。

5.3.2.2 亚硝酸钠标准滴定溶液： $c(\text{NaNO}_2)=0.1\text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 的规定配制和标定，标定时用淀粉-碘化钾试纸指示终点。

5.3.2.3 溴化钾溶液： 100 g/L 。

5.3.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

称取试样约 5 g （精确至 0.0001 g ），置于 100 mL 烧杯中，加水 80 mL ，搅拌溶解后，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混合均匀。用移液管吸取 50.00 mL 试样溶液，置于 500 mL 烧杯中，加入 250 mL 水，加入 20 mL 盐酸溶液，加入 20 mL 溴化钾溶液，控制试样溶液温度 $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，在搅拌下用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时将滴定管尖端插入液面下，近终点时，将滴定管提出液面，用少量水将尖端洗涤，再逐滴加入，以淀粉-碘化钾试纸检验终点。当试液点在试纸上呈微蓝色并保持 5 min 不消失，即为终点。同时做空白试验。

5.3.4 结果计算

2-萘胺-1,5-二磺酸的质量分数 w_1 ，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{c_1[(V - V_0)/1\ 000]M_1}{m_1 \times 50/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_1 ——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 ——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 ——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_1 ——2-萘胺-1,5-二磺酸的摩尔质量数值，单位为克每摩尔(g/mol) [$M_1(\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_6\text{S}_2) = 303.34\text{ g/mol}$]；

m_1 ——试样的质量数值，单位为克(g)；

$1\ 000$ ——体积换算系数；

50 ——吸取 50 mL 试样溶液的体积数值，单位为毫升(mL)；

250 —— 250 mL 容量瓶的体积数值，单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。

5.3.5 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.30% （质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

5.4 2-萘胺-1,5-二磺酸纯度及其异构体含量的测定

5.4.1 测定原理

采用反相高效液相色谱法，分离 2-萘胺-1,5-二磺酸及其各有机杂质组分，经紫外检测器检测，采用峰面积归一化法定量。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 液相色谱仪：输液泵-流量范围 $0.1\text{ mL/min}\sim 5.0\text{ mL/min}$ ，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。

5.4.2.2 色谱柱：长 150 mm ，内径 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C_{18} ，粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ 。

5.4.2.3 色谱工作站或积分仪。

- 5.4.2.4 微量注射器或自动进样器。
- 5.4.2.5 分析天平:精度为 0.1 mg。
- 5.4.2.6 微孔过滤膜(水相),孔径为 0.45 μm 。
- 5.4.2.7 针式过滤器,孔径为 0.45 μm 。
- 5.4.2.8 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

- 5.4.3.1 甲醇:色谱纯。
- 5.4.3.2 四乙基溴化铵水溶液:1 g/L。
- 5.4.3.3 水:经微孔过滤膜(水相)过滤。

5.4.4 色谱分析条件

- 5.4.4.1 流动相:甲醇与四乙基溴化铵水溶液的体积比为 5 : 95。
- 5.4.4.2 检测波长:254 nm。
- 5.4.4.3 流量:0.8 mL/min。
- 5.4.4.4 柱温:35 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.4.4.5 进样量:5 μL 。

5.4.5 试样溶液的制备

称取试样约 0.025 g(潮品约 0.035 g)(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 容量瓶中,加水溶解,并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中振荡、充分溶解,冷却至室温,进样前用针式过滤器过滤。

5.4.6 测定步骤

可根据不同仪器设备,选择最佳分析条件,流动相摇匀后应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。

5.4.7 结果计算

2-萘胺-1,5-二磺酸纯度及其异构体含量 w_i ,按式(2)计算:

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

式中:

A_i ——试样中 2-萘胺-1,5-二磺酸及其异构体的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中 2-萘胺-1,5-二磺酸及其各有机杂质的峰面积数值之和。

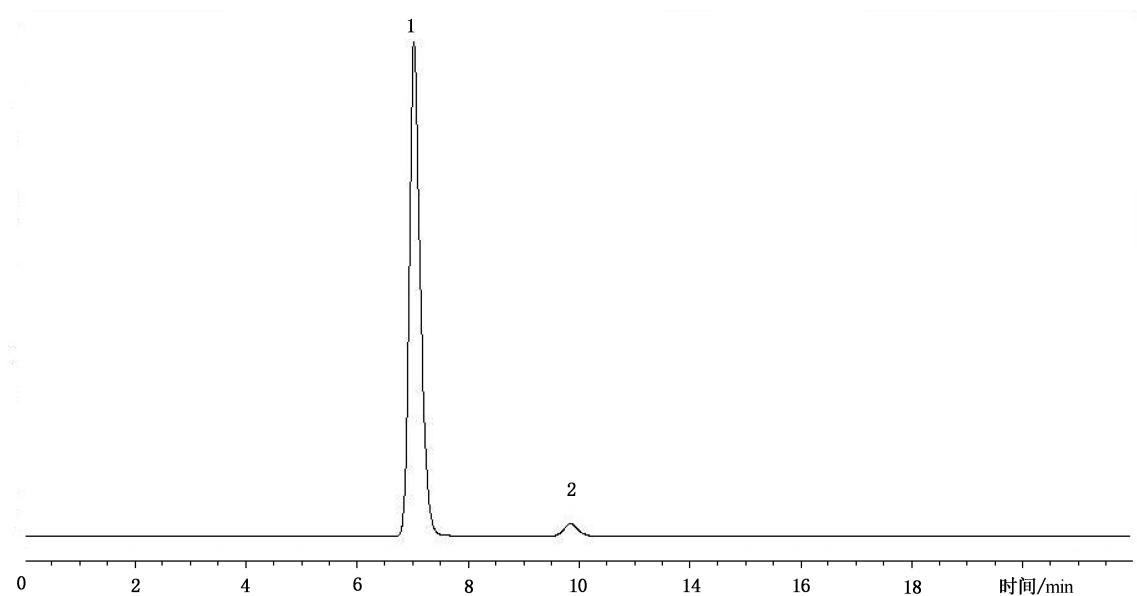
计算结果保留到小数点后两位。

5.4.8 允许差

2-萘胺-1,5-二磺酸纯度及其异构体含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.20%,取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱示意图

色谱示意图如图 1 所示。



说明：
1——2-萘胺-1,5-二磺酸；
2——2-萘胺-1,5-二磺酸的异构体。

图 1 2-萘胺-1,5-二磺酸液相色谱示意图

5.5 水不溶物含量的测定

按 GB/T 2381—2013 规定进行。
称取试样质量约为 2 g(精确至 0.000 1 g),恒量温度为 100 ℃~105 ℃。
两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05%(质量分数),取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.6 总酸度(以 H₂SO₄ 计)的测定

5.6.1 试剂和溶液

- 5.6.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。
- 5.6.1.2 酚酞指示剂:5 g/L 乙醇溶液。
- 5.6.1.3 新煮沸并冷却的水。

5.6.2 测定步骤

称取约 5 g(精确至 0.000 1 g)试样于 100 mL 烧杯中,加入少量水溶解后,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。用移液管移取 25.00 mL 该溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 新煮沸并冷却的水,加入 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,保持 30 s 不变色为终点。

5.6.3 结果计算

总酸度(以 H₂SO₄ 计)的质量分数 w_2 ,按式(3)计算:
$$w_2 = \frac{c_2(V_2/1\ 000)(M_2/2)}{m_2 \times 25/250} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M_2 ——硫酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M_2(\text{H}_2\text{SO}_4)=98.0\text{ g/mol}$];

m_2 ——试样的质量数值,单位为克(g);

1 000——体积换算系数;

25 ——吸取 25.00 mL 试样溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

250 ——250 mL 容量瓶的体积数值,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。

5.6.4 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.20%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.7 溶解度(以氨基值计)的测定

5.7.1 仪器设备

磁力搅拌器。

5.7.2 测定步骤

用移液管移取 50 mL 水于 200 mL 烧杯中,保持温度 25 °C~30 °C,加入磁力搅拌棒,称取约 40 g (以氨基值折百计)磺化吐氏酸试样(精确至 0.1 g),边搅拌边加入磺化吐氏酸试样,观察溶液状况。边加入边溶解,同时称量剩余试样质量,直至加入约 0.5 g 试样后有沉淀析出,溶液已达到过饱和。

5.7.3 结果计算

2-萘胺-1,5-二磺酸溶解度(以氨基值计) ρ ,单位为克每升(g/L),按式(4)计算:

$$\rho = \frac{m_3 \times w_1}{50} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_3 ——沉淀析出前加入 2-萘胺-1,5-二磺酸试样的质量数值,单位为克(g);

w_1 ——2-萘胺-1,5-二磺酸的质量分数, %。

计算结果保留到整数位。

6 检验规则

6.1 检验分类

第 3 章表 1 中规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2-萘胺-1,5-二磺酸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 2-萘胺-1,5-二磺酸产品均符合本标准的要求。

6.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定时,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标准的要求,则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

2-萘胺-1,5-二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。

7.2 标签

2-萘胺-1,5-二磺酸产品应有标签,标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号和等级。

7.3 包装

2-萘胺-1,5-二磺酸用内衬塑料袋的编织袋或铁桶。每袋(桶)净含量 25 kg $\pm$ 0.25 kg 或 50 kg $\pm$ 0.5 kg,其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

2-萘胺-1,5-二磺酸运输时防止曝晒、碰撞和雨淋。搬运中需小心轻放,避免重压。

7.5 贮存

2-萘胺-1,5-二磺酸应贮存于阴凉干燥并具有良好通风的库房内,防止受潮受热,远离火源。