



中华人民共和国国家标准

GB/T 37038—2018

DSD 酸(4,4'-二氨基二苯乙烯-2,2'-二磺酸)

DSD acid(4,4'-Diaminostilbene-2,2'-diasulfonicacid)

2018-12-28 发布

2019-11-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：彩客化学(东光)有限公司、连云港莱亚化学有限公司、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：段卫东、姬兰琴、李将、宫占胜、陈鑫、杜俊霞、蒲爱军。

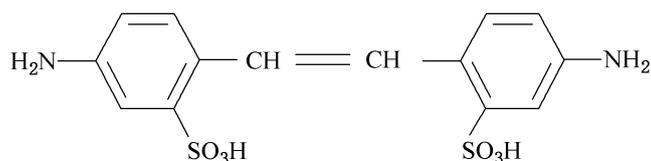
DSD 酸(4,4'-二氨基二苯乙烯-2,2'-二磺酸)

1 范围

本标准规定了 DSD 酸(4,4'-二氨基二苯乙烯-2,2'-二磺酸)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 DSD 酸的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_{14}H_{14}N_2O_6S_2$

相对分子质量：370.40(按 2015 年国际相对原子质量)

CAS RN:81-11-8

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 2386—2014 染料及染料中间体 水分的测定
- GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法 (ISO 6685:1982, IDT)
- 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 (ISO 3696:1987, MOD)
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 20814 染料产品中重金属元素的限量及测定
- GB/T 21876—2015 溶剂染料及染料中间体 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

序号	项目	指标		试验方法 章条号
		干品	潮品	
1	外观	淡黄色粉末	淡黄色膏状物	5.2
2	DSD 酸的质量分数(总氨基值)/%	≥95.00	≥60.00	5.3
3	DSD 酸的纯度/%	≥95.00	≥95.00	5.4
4	苯基物的质量分数 ^a /%	≤0.30	≤0.30	5.4
5	碱不溶物的质量分数 ^a /%	≤0.10	≤0.10	5.5
6	水分的质量分数/%	≤2.00	—	5.6
7	灰分的质量分数 ^a /%	≤2.50	≤2.50	5.7
8	铁离子的质量分数 ^a /(mg/kg)	≤50.0	≤50.0	5.8
9	色度 ^a [∑OD=OD(440 nm)+OD(460 nm)+OD(500 nm)]	≤0.20	≤0.20	5.9
^a 结果均以总氨基值折百计。				

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。潮品产品从每批产品的 100%袋(或桶)中取样,干品每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定,所采样品的包装应完好,采样时不应外界杂质落入产品中。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品,所采样品总量潮品应不少于 1 000 g,干品应不少于 500 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中,其上粘贴标签。注明:产品名称、批号、生产厂名称、取样日期、地点。一个供检验,另一个保存备查。

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 DSD 酸总氨基值的测定

5.3.1 测定原理

采用反重氮化法。

利用芳香族伯胺在无机酸存在下,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。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:1。

5.3.2.2 无水碳酸钠溶液:100 g/L。

5.3.2.3 溴化钾溶液:100 g/L。

5.3.2.4 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.1 \text{ mol/L}$,终点判定用淀粉-碘化钾试纸。

5.3.2.5 淀粉-碘化钾试纸。

5.3.3 测定步骤

5.3.3.1 干品试样测定

称取干品试样约 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 1 000 mL 烧杯中,加入 3 mL 无水碳酸钠溶液及少量水溶解后,并用水稀释至约 500 mL。开始搅拌,加入 10 mL 溴化钾溶液,控制反应液温度为 20 ℃~30 ℃,估计样品含量,一次加入预计量的亚硝酸钠标准滴定溶液,在搅拌下,加入 20 mL 盐酸溶液,搅匀后,该溶液用淀粉-碘化钾试纸试验应不呈蓝色,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 不变即为终点。

补加的亚硝酸钠标准滴定溶液应不超过 1 mL(超过 1 mL 时,不能进行计算,需重新称取试样测定,直至符合要求)。

滴定过程中若出现反应液浑浊,应放弃此次操作。重新称取试样进行测定。

5.3.3.2 潮品试样测定

称取潮品试样 7 g~9 g(精确至 0.000 1 g),置于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 无水碳酸钠溶液及少量水打成浆状后,用水溶解并转移至 500 mL 容量瓶中,水稀释至刻度。摇匀备用。

取上述试样溶液 50.00 mL,置于 1 000 mL 烧杯中,加 450 mL 水,开始搅拌,后面操作同 5.3.3.1。

在相同条件下做一空白试验。

5.3.4 结果计算

干品 DSD 酸的总氨基值以质量分数 ω_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{c[(V_1 - V_0)/1\ 000](M/2)}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——干品 DSD 酸试样滴定所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验中消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——DSD 酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{S}_2\text{N}_2\text{O}_6)=370.40$];

m_1 ——干品 DSD 酸试样的质量,单位为克(g)。

潮品 DSD 酸的总氨基值以质量分数 ω_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{c[(V_2 - V_0)/1\ 000](M/2)}{m_2 \times 50/500} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——潮品 DSD 酸试样滴定所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验中消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——DSD 酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{S}_2\text{N}_2\text{O}_6)=370.40$];

m_2 ——潮品 DSD 酸试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

5.3.5 允许差

DSD 酸的总氨基值平行测定结果之差应不大于 0.50%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 DSD 酸的纯度及苄基物的质量分数测定

5.4.1 方法原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇和缓冲盐水溶液为流动相,分离 DSD 酸及有机杂质,经紫外检测器(254 nm)检测,用峰面积归一化法计算 DSD 酸的纯度,用峰面积外标法计算苄基物的质量分数。

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 mL/min~5.0 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 反相液相色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} , 5 μm 。

5.4.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.4.2.4 平头微量注射器:25 μL 。

5.4.2.5 超声波发生器。

5.4.2.6 分析天平:感量 ± 0.01 mg。

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。

5.4.3.3 乙酸铵。

5.4.3.4 缓冲盐水溶液:1 g/L 四乙基溴化铵+1 g/L 乙酸铵。

5.4.3.5 氨水溶液:氨水与水的体积比=4:96。

5.4.3.6 苄基物标准品:纯度 $\geq 99\%$ (质量分数)。

5.4.3.7 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.4.4 色谱操作条件

色谱操作条件如下:

a) 流动相:甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=5:95;

b) 波长:254 nm;

c) 流量:1.0 mL/min;

d) 进样量:5 μL ;

e) 柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 。

可根据不同仪器设备,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。

5.4.5 苄基物标准溶液的制备

准确称取苄基物标准品约 50 mg(精确至 0.01 mg)于小烧杯中,加少量水打成浆状,再加适量氨水溶液溶解($\text{pH}\approx 7$),移入 100 mL 棕色容量瓶中并用水稀释至刻度,于超声波发生器中震荡溶解备用,此为标准溶液 A。

吸取适量的标准溶液 A,配制与试样中苄基物含量浓度相当的标准工作溶液,备用。

5.4.6 试样溶液的制备

称取按总氨基值折成 100%试样约 50 mg(精确至 0.01 mg)于小烧杯中,加少量水打成浆状,再加适量氨水溶液溶解($\text{pH}\approx 7$),移入 50 mL 棕色容量瓶中并用水稀释至刻度(避光保存并现用现配),于超声波发生器中震荡溶解备用。

5.4.7 测定步骤

5.4.7.1 DSD 酸纯度的测定

待仪器运行稳定后,用微量注射器吸取试样溶液注入进样阀,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。

5.4.7.2 苄基物的测定

待仪器运行稳定后,用微量注射器分别吸取适宜的系列苄基物标准溶液和试样溶液,分别注入进样阀,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。

5.4.8 色谱图

DSD 酸色谱示意图见图 1。

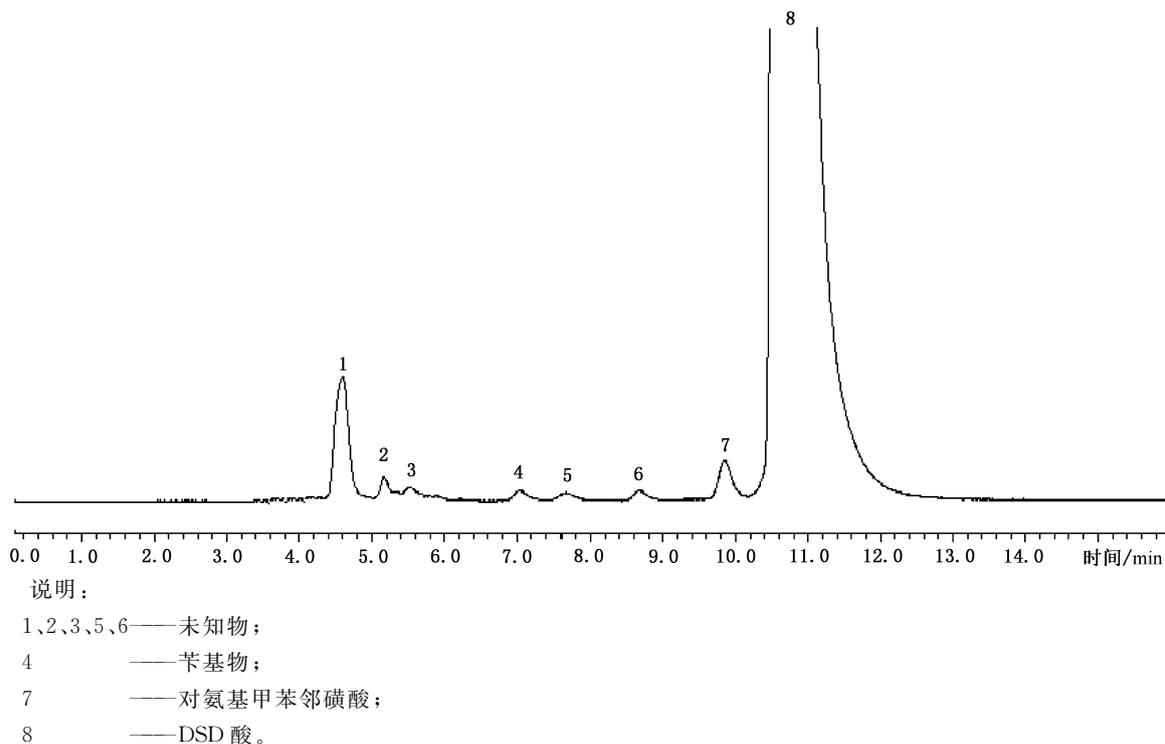


图 1 DSD 酸色谱示意图

5.4.9 结果计算

DSD 酸纯度以 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- A ——DSD 酸的峰面积数值;
- $\sum A_i$ ——DSD 酸试样中各组分的峰面积数值之和。

计算结果保留到小数点后两位。

以总氨基值折百计的 DSD 酸的苄基物含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{A_1 m_s w_s}{A_s m_3 w} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- A_1 ——DSD 酸试样中苄基物的峰面积数值;
- m_s ——准确的标准溶液中苄基物的质量,单位为毫克(mg);
- w_s ——苄基物标准品的质量分数;
- A_s ——标准溶液中苄基物的峰面积数值;
- m_3 ——DSD 酸试样的质量,单位为毫克(mg);
- w ——DSD 酸总氨基值的质量分数。

计算结果保留到小数点后两位。

5.4.10 允许差

DSD 酸纯度平行测定结果之差应不大于 0.50%,苄基物平行测定结果之差应不大于 0.05%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.5 碱不溶物的测定

5.5.1 试剂和材料

5.5.1.1 无水碳酸钠溶液:100 g/L。

5.5.1.2 G_3 玻璃坩埚式过滤器。

5.5.2 测定步骤

称取干品试样约 10 g 或潮品试样 20 g(精确至 0.000 1 g),置于 400 mL 烧杯中,加 100 mL 水打成浆状,再加入 100 mL 无水碳酸钠溶液,搅拌至试样全部溶解。烘干温度为 100 °C ~ 105 °C。其余按 GB/T 2381—2013 的有关规定进行。

5.5.3 计算

DSD 酸的碱不溶物以质量分数 X_1 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$X_1 = \frac{m_5 - m_4}{m w} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- m_4 ——过滤器的质量,单位为克(g);
- m_5 ——过滤器及不溶物的质量,单位为克(g);
- m ——DSD 酸样品的质量,单位为克(g);
- w ——DSD 酸总氨基值的质量分数。

5.6 干品 DSD 酸水分的测定

烘干温度 100 °C ~ 105 °C, 称样量 2 g (精确至 0.000 1 g), 其余按 GB/T 2386—2014 中 3.2“烘干法”进行。

5.7 灰分的测定

5.7.1 测定

称取干品试样 5 g (潮品试样 10 g) (精确至 0.000 1 g), 放入经 750 °C ± 25 °C 加热烘至恒量的瓷坩埚中, 在电炉上缓缓加热使之炭化, 放置室温后加入 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 700 °C ± 25 °C 炭化灼烧至恒量。

其余按 GB/T 21876—2015 的规定进行。

5.7.2 计算

以氨基值折百计的 DSD 酸的灰分以质量分数 X_2 计, 数值以 % 表示, 按式(6)计算:

$$X_2 = \frac{m_9 - m_8}{m\omega} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_9 ——灼烧后试样残留物加坩埚的质量, 单位为克(g);

m_8 ——坩埚的质量, 单位为克(g);

m ——灼烧前试样的质量, 单位为克(g);

ω ——DSD 酸总氨基值的质量分数。

5.8 铁离子的测定

5.8.1 试剂

硝酸溶液: 硝酸与水的体积比 = 1 : 9。

5.8.2 前处理

取 5.7 炭化后的试样, 用 4 mL 硝酸溶液(5.8.1)溶解后, 选用下列方法之一进行日常检验。

5.8.3 原子吸收法(仲裁法)

铁离子含量以总氨基值折百计, 按 GB 20814 的相关规定进行测定。

5.8.4 分光光度法

按 GB/T 3049—2006 的相关规定进行测定。

5.9 色度的测定

5.9.1 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。

5.9.2 仪器设备

5.9.2.1 分光光度计。

5.9.2.2 比色皿: 10 mm。

5.9.2.3 容量瓶:棕色 100 mL,棕色 1 000 mL。

5.9.3 试剂

5.9.3.1 无水碳酸钠。

5.9.3.2 四硼酸钠。

5.9.4 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,用少量水溶解,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,然后用水稀释至刻度摇匀备用。

5.9.5 测定步骤

称取试样 0.5 g(以总氨基值折百计),精确至 0.000 1 g,用上述稀释溶液将试样溶解,然后移入 100 mL 棕色容量瓶中,并用稀释溶液稀释至刻度。

以水为参比溶液,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 波长处的吸光度数值。

5.9.6 结果计算

DSD 酸的色度(ΣOD)按式(7)计算:

$$\Sigma OD = OD(440 \text{ nm}) + OD(460 \text{ nm}) + OD(500 \text{ nm}) \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- OD(440 nm)——440 nm 处的吸光度数值;
- OD(460 nm)——460 nm 处的吸光度数值;
- OD(500 nm)——500 nm 处的吸光度数值。

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

DSD 酸应由生产厂的质量检验部门进行检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 DSD 酸都符合本标准的要求。

6.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定时,干品应重新自两倍量的包装中取样进行检验,潮品应重新取样进行检验,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

DSD 酸的每个包装容器上都应涂印耐久、清晰的标志,标志内容至少应有:

- a) 产品名称、规格;

- b) 生产厂名称、地址；
- c) 生产日期、批号；
- d) 净含量。

7.2 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、批号和规格。

7.3 包装

DSD 酸用内衬深色塑料袋的三合板桶或编织袋包装,密封应严密,产品应避免与空气直接接触,防止氧化。每袋(桶)净含量 $50\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

DSD 酸运输过程中应防雨、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。

7.5 贮存

DSD 酸应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。
