



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21895—2015  
代替 GB/T 21895—2008

---

## 对-( $\beta$ -羟乙基砵硫酸酯)苯胺(对位酯)

*p*-( $\beta$ -Sulfato ethyl sulfonyl) anilin (Para base ester)

2015-05-15 发布

2015-12-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国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 21895—2008《对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺(对位酯)》，与 GB/T 21895—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了产品应用的内容(见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- 增加了 CAS RN(见第 1 章)；
- 删除了一等品的指标设置(见 2008 年版的第 3 章)；
- 修改了优等品和合格品氨基值指标(见第 3 章,2008 年版的第 3 章)；
- 修改了优等品和合格品对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺纯度指标(见第 3 章,2008 年版的第 3 章)；
- 修改了合格品二差值指标(见第 3 章,2008 年版的第 3 章)；
- 增加了不溶物的允许差(见 5.6.4)；
- 修改了“检验规则”表述(见第 6 章,2008 年版的第 6 章)；
- 修改了“标志、标签”内容(见第 7 章,2008 年版的第 7 章)；
- 增加了包装规定中净含量误差范围(见 7.3,2008 年版的 7.2)。

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：楚源高新科技集团股份有限公司、泰兴锦汇化工有限公司、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：成协松、吕双、赵卫国、沈日炯、廖杰、杨军、陈松柏、薛国新。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 21895—2008。

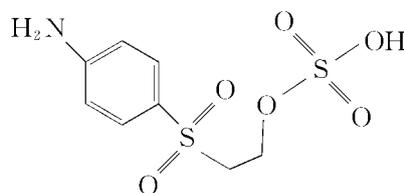
## 对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺(对位酯)

### 1 范围

本标准规定了对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_8H_{11}NO_6S_2$

相对分子质量：281.31(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN:2494-89-5

### 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 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 2381—2013 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 2383—2014 粉状染料 筛分细度的测定

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

GB 19601 染料产品中 23 种有害芳香胺的限量及测定

### 3 要求

对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	优等品	合格品	
(1) 外观	白色或灰白色粉末		5.2
(2) 对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺的质量分数(氨基值)/%	$\geq$ 97.00	96.00	5.3

表 1 (续)

项 目	指 标		试验方法	
	优等品	合格品		
(3) 二差值/%	≤	2.5	3.5	5.4
(4) 对-(β-羟乙基砒硫酸酯)苯胺纯度/%	≥	96.00	95.00	5.5
(5) 不溶物的质量分数/%	≤	0.05	0.30	5.6
(6) 细度(通过孔径 180 μm 标准筛的残余物的质量分数)/%	≤	2.0	5.0	5.7
(7) 对氯苯胺的质量分数/(mg/kg)	≤	500	500	5.8

#### 4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定,所采产品的包装必须完好,采样时勿使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,一个保存备查。

#### 5 试验方法

**警告**——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 对-(β-羟乙基砒硫酸酯)苯胺质量分数(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条件下与亚硝酸钠发生重氮化反应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。

###### 5.3.2.2 溴化钾溶液:100 g/L。

5.3.2.3 碳酸钠溶液:100 g/L。

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

5.3.2.5 淀粉-碘化钾试纸。

### 5.3.3 测定步骤

称取试样约 0.7 g(精确至 0.000 1 g),置于 400 mL 烧杯中,加 10 mL 碳酸钠溶液溶解,加 100 mL 水,加 20 mL 盐酸和 20 mL 溴化钾溶液,冷却至  $0 \text{ }^\circ\text{C} \sim 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 。将滴定管尖端插入溶液中,在不断搅拌下,用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定,滴定近终点时把滴定管尖端提离液面,继续滴定直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈,并保持 3 min 不变即为终点。

在相同条件下做空白试验。

### 5.3.4 结果计算

氨基值以质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V - V_0)M}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$  ——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);

$M$  ——对-( $\beta$ -羟乙基砒)苯胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_6\text{S}_2)=281.31$ ];

$m$  ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

### 5.3.5 允许差

氨基值平行测定结果绝对差值应不大于 0.20%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

## 5.4 二差值的测定

### 5.4.1 试剂和溶液

5.4.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.4.1.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.4.1.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液:甲基红溶液与亚甲基蓝溶液体积比=2:1。

混合指示液配制:取 100 mL 溶液 I、50 mL 溶液 II,混匀。

溶液 I:称取 0.1 g 甲基红,用 95%(体积分数)乙醇溶解稀释至 100 mL;

溶液 II:称取 0.1 g 亚甲基蓝,用 95%(体积分数)乙醇溶解稀释至 100 mL。

### 5.4.2 测定步骤

准确称取试样 1.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 1 000 mL 烧杯中,加 20 mL 水,加热溶解,再加 800 mL 水,降至室温,加 8 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液进行中和,使试样溶液由粉红色变成橙黄色,消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积可不计。中和完毕后,加入定量氢氧化钠标准滴定溶液 30 mL,加热煮沸 10 min,冷却至室温,再加 8 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至试样溶液由橙黄色变成微红色即为终点。

### 5.4.3 酯基值结果计算

酯基值以质量分数  $w_2$  计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) M}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $c_1$  —— 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);
- $V_1$  —— 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);
- $c_2$  —— 盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_2$  —— 试样消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- $M$  —— 对-( $\beta$ -羟乙基砜)苯胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(C_8H_{11}NO_6S_2)=281.31$ ];
- $m_1$  —— 试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

### 5.4.4 允许差

酯基值平行测定结果绝对差值应不大于 0.20%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

### 5.4.5 二差值结果计算

二差值以  $w_3$  计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{w_1 - w_2}{w_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $w_1$  —— 氨基值的质量分数,%;
- $w_2$  —— 酯基值的质量分数,%。

## 5.5 对-( $\beta$ -羟乙基砜硫酸酯)苯胺纯度的测定(液相色谱法)

### 5.5.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法,在十八烷基键合柱上,以甲醇和水及有机盐为流动相,分离对-( $\beta$ -羟乙基砜硫酸酯)苯胺及各有机杂质组分,经紫外检测器(254 nm)检测,用峰面积归一化法计算对-( $\beta$ -羟乙基砜硫酸酯)苯胺的纯度。

### 5.5.2 仪器设备

- 5.5.2.1 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。
- 5.5.2.2 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为  $C_{18}$  ODS 5  $\mu m$ 。
- 5.5.2.3 色谱工作站或积分仪。
- 5.5.2.4 平头微量注射器:10  $\mu L$ ~25  $\mu L$ 。
- 5.5.2.5 超声波发生器。
- 5.5.2.6 分析天平:感量 0.001 g。

### 5.5.3 试剂和溶液

- 5.5.3.1 甲醇:色谱纯。

5.5.3.2 四丁基溴化铵水溶液:2 g/L 四丁基溴化铵(TBABr),2.0 mL/L 乙酸。

5.5.3.3 甲醇水溶液:甲醇与水的体积比为 22 : 78。

5.5.3.4 水:经 0.45 μm 膜过滤。

#### 5.5.4 色谱分析条件

5.5.4.1 流动相:甲醇与四丁基溴化铵水溶液的体积比为 22 : 78。

5.5.4.2 波长:254 nm。

5.5.4.3 流量:1.0 mL/min。

5.5.4.4 进样量:5 μL。

5.5.4.5 柱温:室温。

5.5.4.6 色谱分析条件的最佳选择: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。

#### 5.5.5 溶液的制备

称取对-(β-羟乙基砷硫酸酯)苯胺试样 0.02 g(精确至 0.001 g)于 25 mL 棕色容量瓶中,加甲醇水溶液溶解,并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中震荡、充分溶解后备用。

#### 5.5.6 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取 5 μL 试样溶液注入进样阀中,待最后一个组分流完(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

#### 5.5.7 结果计算

对-(β-羟乙基砷硫酸酯)苯胺纯度以  $w_4$  计,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$A$  ——试样中对-(β-羟乙基砷硫酸酯)苯胺的峰面积数值;

$\sum A_i$  ——试样中对-(β-羟乙基砷硫酸酯)苯胺及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。

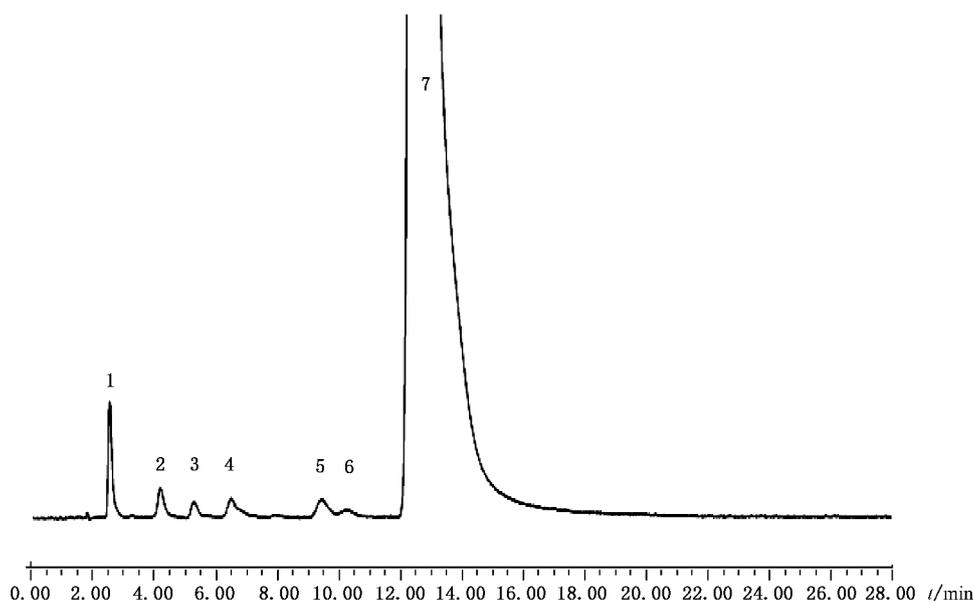
#### 5.5.8 允许差

对-(β-羟乙基砷硫酸酯)苯胺纯度两次平行测定结果绝对差值应不大于 0.20%,取其算术平均值作为测定结果。

#### 5.5.9 色谱图

色谱图见图 1。





说明：

- 1——未知物；
- 2——未知物；
- 3——缩合物；
- 4——对氯苯胺；
- 5——未知物；
- 6——乙酰苯胺；
- 7——对-(β-羟乙基砷硫酸酯)苯胺。

图 1 对-(β-羟乙基砷硫酸酯)苯胺液相色谱示意图

## 5.6 不溶物质量分数的测定

### 5.6.1 仪器及试剂

5.6.1.1 恒温干燥箱。

5.6.1.2 G<sub>4</sub> 坩埚式过滤器。

5.6.1.3 碳酸钠溶液:100 g/L。

### 5.6.2 测定步骤

按 GB/T 2381—2013 的规定进行。

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 1 g)于 300 mL 烧杯中,加 10 mL 碳酸钠溶液溶解,加 100 mL 水加热至 60 °C,用已在 100 °C~105 °C 恒量的 G<sub>4</sub> 坩埚式过滤器趁热过滤,用热水(60±2)°C 洗涤至滤液无色后,将抽干后的 G<sub>4</sub> 坩埚式过滤器取出置于 100 °C~105 °C 恒温干燥箱中,烘至恒量。

### 5.6.3 结果计算

水不溶物的质量分数以  $\omega_5$  计,按式(5)计算:

$$\omega_5 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_2$ ——恒量后  $G_4$  过滤器与不溶残渣总质量的数值，单位为克(g)；

$m_3$ ——恒量后  $G_4$  过滤器的质量的数值，单位为克(g)；

$m_4$ ——试样的质量数值，单位为克(g)。

结果计算保留到小数点后两位。

#### 5.6.4 允许差

水不溶物的质量分数平行测定结果绝对差值应不大于 0.05% (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

#### 5.7 细度的测定

按 GB/T 2383—2014 规定进行，标准筛孔径为 180  $\mu\text{m}$ 。

#### 5.8 对氯苯胺质量分数的测定

按 GB 19601 的规定进行。

### 6 检验规则

#### 6.1 检验分类

检验项目分为型式检验项目和出厂检验项目。表 1 所列的所有检验项目均为型式检验项目，其中表 1 中(1)~(6)项为出厂检验项目，应逐批进行检验。在正常连续生产情况下，每个月至少进行一次型式检验。但如有下述情况需进行型式检验：

- a) 新产品最初定型时；
- b) 产品异地生产时；
- c) 生产配方、工艺及原材料有较大改变时；
- d) 停产三个月后又恢复生产时；
- e) 客户要求时。

#### 6.2 出厂检验

对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺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对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺均符合本标准的要求。

#### 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，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

对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺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；
- b) 生产厂名称、地址；

- c) 生产日期;
- 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、批号和等级。

## 7.3 包装

对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺用内衬塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装,每袋净含量 25 kg  $\pm$  0.25 kg 或 50 kg  $\pm$  0.50 kg。其他包装可与用户协商确定。

## 7.4 运输

对-( $\beta$ -羟乙基砷硫酸酯)苯胺产品在运输过程中应轻取轻放,严防包装破裂,不得与其他物品混放,防止日晒、碰撞和雨淋。

## 7.5 贮存

贮存时应远离火源和火种,放置阴凉干燥通风处。产品贮存期为两年。

---