

ICS 71.100.01; 87.060.10  
G 56; G 57  
备案号: 65234~65237—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5484~5487—2018

---

荧光增白剂 OB-3、2-甲氧基-5-甲基苯胺-  
4-羟乙基砒硫酸酯、2-氰基-4-硝基-6-溴  
苯胺和 3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑  
(2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5484—2018	荧光增白剂 OB-3 .....	( 1 )
HG/T 5485—2018	2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯 .....	(13)
HG/T 5486—2018	2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺 .....	(25)
HG/T 5487—2018	3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑 .....	(35)

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 56

备案号: 65235—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5485—2018

---

### 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯

2-Methoxy-5-methylaniline-4-sulfonylethyl hydrogen sulfate ester

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 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/TC134）归口。

本标准起草单位：湖北丽源科技股份有限公司、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：尚爱国、吕双、付爱民、姬兰琴。

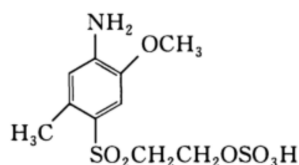
## 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯

### 1 范围

本标准规定了 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯（PCVS、克利西丁对位酯）产品的要求、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-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯的产品质量控制。

结构式：



分子式：C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>7</sub>S<sub>2</sub>

相对分子质量：325.36（按 2015 年国际相对原子质量）

CAS RN：21635-69-8

### 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 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（mod ISO 3696:1987）

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-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法 章条号
		一等品	合格品	
1	外观	灰白色至灰色粉末		5.3
2	2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯质量分数/%	≥94.00	≥93.00	5.4
3	2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯纯度/%	≥93.00	≥92.00	5.5
4	水不溶物质量分数/%	≤0.50	≤1.00	5.6
5	筛余物（通过孔径 250 μm 标准筛残余物的含量）/%	≤3.0	≤10.0	5.7

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。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品，所采样品总量应不少于 200 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、采样日期、采样地点。一个供检验，另一个保存备查。

5 试验方法

5.1 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。

5.2 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 4.3.3 修约值比较法进行。

5.3 外观的测定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.4 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯质量分数的测定

5.4.1 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。

5.4.2 仪器设备

分析天平：感量±0.1 mg。

### 5.4.3 试剂和溶液

5.4.3.1 盐酸溶液：盐酸与水的体积比=1:1。

5.4.3.2 碳酸钠溶液：100 g/L。

5.4.3.3 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。

5.4.3.4 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.3.5 溴化钾溶液：100 g/L。

### 5.4.4 测定步骤

称取约 1.0 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于 400 mL 烧杯中，加入 10 mL 碳酸钠溶液及少量水搅拌溶解，加入 200 mL 水、30 mL 盐酸溶液及 20 mL 溴化钾溶液，总体积控制约 300 mL，冷却至 0℃~5℃。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。

### 5.4.5 结果计算

2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯质量分数以  $w_1$  计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c(V-V_0)M/1\,000}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c$ ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V$ ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$M$ ——2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）

$[M(\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{NO}_7\text{S}_2)=325.36]$ ；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

1 000——体积换算系数。

计算结果保留到小数点后 2 位。

### 5.4.6 允许差

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

## 5.5 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯纯度的测定

### 5.5.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法分离 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯及各有机杂质组分，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法计算 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯的纯度。

### 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±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：150 mm×4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 5 μm C<sub>18</sub> ODS。

5.5.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.5.2.4 微量注射器或自动进样器。

5.5.2.5 分析天平：感量±0.1 mg。

5.5.2.6 微孔过滤膜（水相）：孔径为 0.45 μm。

5.5.2.7 针式过滤器：孔径为 0.45 μm。

5.5.2.8 超声波发生器。

### 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（TBABr）。

5.5.3.3 四丁基溴化铵水溶液：3.333 g/L。

5.5.3.4 水：经微孔过滤膜（水相）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=40：60。

5.5.4.2 检测波长：254 nm。

5.5.4.3 流量：1.0 mL/min。

5.5.4.4 柱温：室温。

5.5.4.5 进样量：5 μL。

### 5.5.5 试样溶液的制备

称取约 0.04 g 试样（精确至 0.000 1 g）于 100 mL 容量瓶中，加流动相溶解，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。

### 5.5.6 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

2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯纯度以  $w_2$  计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$A$ ——试样中 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯及各有机杂质的峰面积之和。

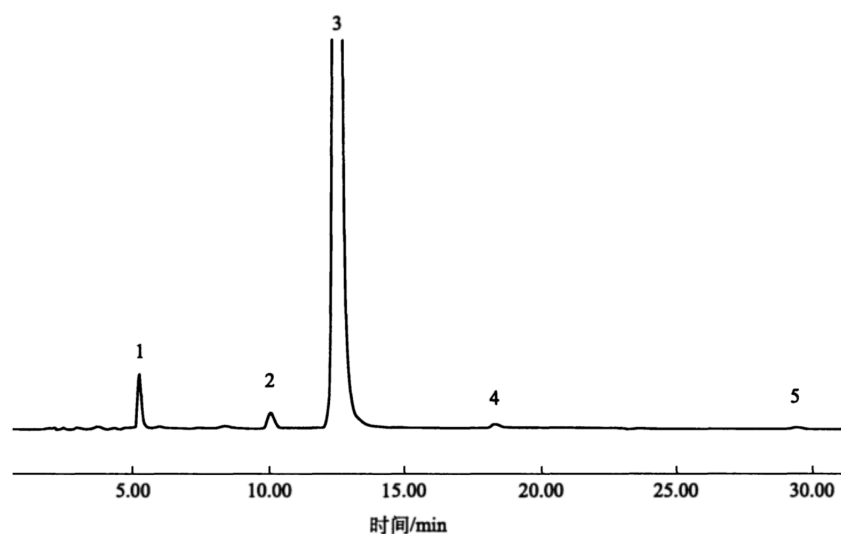
计算结果保留到小数点后 2 位。

### 5.5.8 允许差

两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.50 %，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.5.9 色谱示意图

色谱示意图如图 1 所示。



说明：

1——未知物；

2——未知物；

3——2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯；

4——未知物；

5——未知物。

图 1 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯液相色谱示意图

## 5.6 水不溶物质量分数的测定

### 5.6.1 仪器设备

5.6.1.1 恒温干燥箱。

5.6.1.2 分析天平：感量 $\pm 0.1$  mg。

5.6.1.3 G4 坩埚式过滤器。

### 5.6.2 测定步骤

按 GB/T 2381—2013 的规定进行。

称取约 5 g 试样（精确至 0.000 1 g）于 300 mL 烧杯中，加入 100 mL 热水溶解，用已在  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  恒量的 G4 坩埚式过滤器过滤，用适量水分 3 次洗涤过滤器，将抽干后的 G4 坩埚式过滤器取出，置于  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  恒温干燥箱中，烘至恒量。

### 5.6.3 结果计算

水不溶物质量分数以  $w_3$  计，按式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_1$ ——恒量后 G4 坩埚式过滤器和不溶物的总质量的数值，单位为克 (g)；

$m_2$ ——恒量后 G4 坩埚式过滤器的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_3$ ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

计算结果保留到小数点后 2 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 0.05 % (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

### 5.7 筛余物的测定

按 GB/T 2383—2014 的有关规定进行，标准筛的规格为孔径 250  $\mu\text{m}$ 。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的项目均为出厂检验项目。

### 6.2 出厂检验

2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯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-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯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，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-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯的每个包装上都应涂上牢固、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

2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯产品应有标签，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-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯装于内衬塑料袋的编织袋中，每袋净含量  $40\text{ kg}\pm 0.4\text{ kg}$  或  $50\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

### 7.4 运输

2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯运输时防止曝晒、碰撞和雨淋。搬运中需小心轻放，不可与皮肤接触，防止吸入人体内。

### 7.5 贮存

2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯应贮存于阴凉、干燥并具有良好通风的库房内，切勿曝晒和雨淋，并远离火源和热源。

---

中华人民共和国

化工行业标准

荧光增白剂 OB-3、2-甲氧基-5-甲基苯胺-  
4-羟乙基砒硫酸酯、2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺  
和 3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑  
(2018)

HG/T 5484~5487—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3¼ 字数 66.2 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2616

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：50.00 元

版权所有 违者必究