

ICS 71.100.01;87.060.10

G 57

备案号:21367-2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3959—2007

色酚 AS-PH

Naphthol AS-PH

2007-07-20 发布

2008-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准根据我国国情,结合各生产企业的实际情况制订而成。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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:天津华士化工有限公司、沈阳化工研究院。

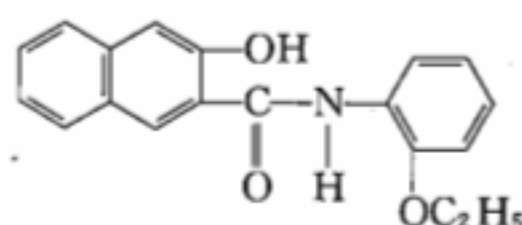
本标准主要起草人:徐维凤、蒲爱军。

本标准为首次发布。

色酚 AS-PH

1 范围

本标准规定了色酚 AS-PH 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。本标准适用于色酚 AS-PH 的产品质量检验。该产品主要用于制造颜料、棉纤维的染色和印花。结构式：



分子式： $C_{19}H_{17}O_3N$

相对分子质量：307.43(按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- 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 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定
- GB/T 2384 染料中间体 熔点范围测定 通用方法
- GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

色酚 AS-PH 的质量应符合表 1 的规定。

表 1 色酚 AS-PH 的质量要求

项 目		指 标
1. 外观		米黄色粉末
2. 色酚 AS-PH 含量(质量分数)/%	≥	98.5
3. 干品初熔点/℃	≥	156.3
4. 碱不溶物(质量分数)/%	≤	0.20
5. 2-羟基-3-萘甲酸含量(HPLC)/%	≤	0.10

4 采样

以批为单位采样，生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。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，所采样品总量不得少于 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

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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中的 5.2 修约值比较法进行。

5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

5.3 色酚 AS-PH 含量的测定

根据需要,可选择化学分析方法和高效液相色谱分析方法。化学分析方法为仲裁方法。

5.3.1 化学分析方法测定色酚 AS-PH 含量

5.3.1.1 方法提要

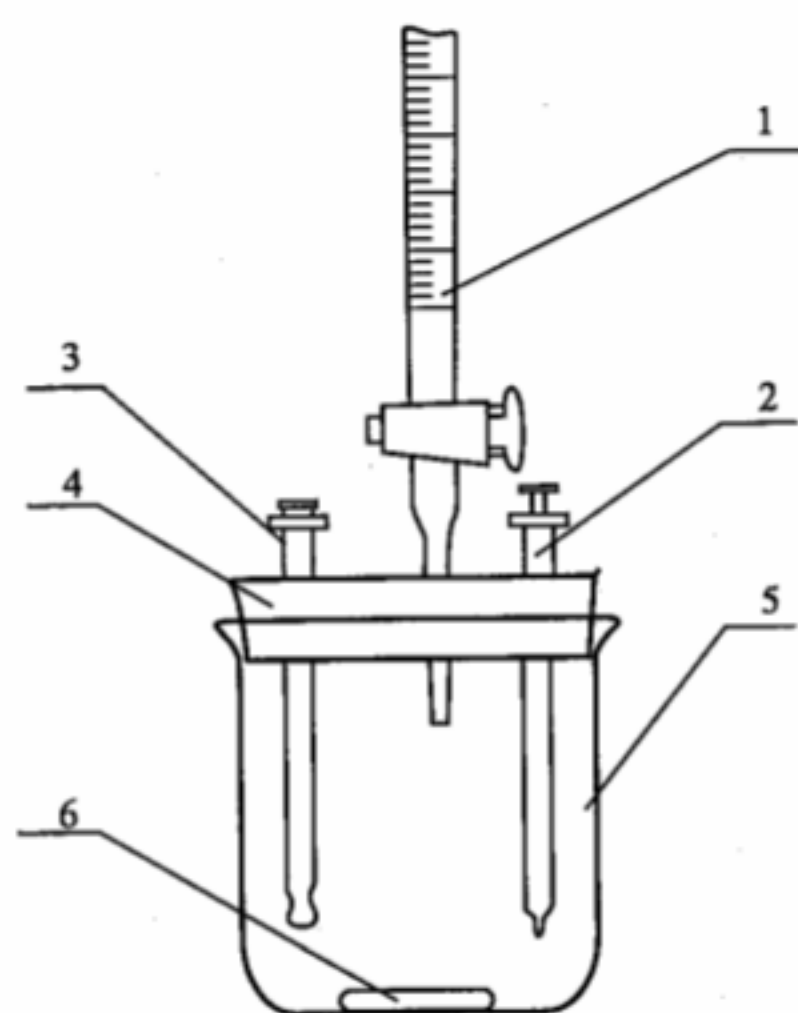
色酚 AS-PH 为弱酸性化合物,在乙醇存在下,用过量的碱将其溶解,用盐酸标准滴定溶液进行电位滴定,滴定游离碱及总碱量,即可测出色酚 AS-PH 的含量。

5.3.1.2 试剂和溶液

- a) 无水乙醇。
- b) 氢氧化钠溶液:100 g/L。
- c) 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.1.3 仪器设备

- a) 电位滴定仪(或酸度计):测量范围 0~14pH;电表最小分格 0.1pH,精度 $\pm 0.1\text{pH}/3\text{pH}$ 。
- b) 玻璃电极:231 型。
- c) 甘汞电极:232 型;仪器按图 1 安装。



- 1——滴定管;
- 2——甘汞电极;
- 3——玻璃电极;
- 4——橡皮塞;
- 5——玻璃滴定杯;
- 6——电磁搅拌棒。

图 1 仪器安装图

5.3.1.4 分析步骤

称取色酚 AS-PH 试样约 0.75 g(精确至 0.000 2 g),置于玻璃滴定杯中。加入 10 mL 无水乙醇,放入电池搅拌棒,盖上塞子,开动磁力搅拌器,使色酚 AS-PH 充分润湿。然后加入约 1.1 mL 氢氧化钠溶液(加入量可根据氢氧化钠溶液的实际浓度和盐酸标准滴定溶液浓度具体调整,使在测定游离碱时盐酸标准滴定溶液消耗量在 5 mL 以下为宜),盖上塞子,继续搅拌至样品全部溶解,按图 1 装好仪器,用盐酸标准滴定溶液进行电位滴定,在距游离碱滴定终点前 1 个多 pH 值(约 pH13),分次逐滴加入盐酸标准滴定溶液,每次滴入约 0.1 mL,同时记下相应的 pH 值及盐酸标准滴定溶液耗用数,当邻近两次 pH 值之差数达到最大时,即为游离碱滴定终点,记录所耗用盐酸标准滴定溶液毫升数 V_1 继续滴定,当滴定至 pH 约为 9 时(即距总碱度的滴定终点约为 1.5 个 pH 值),分次滴入盐酸标准滴定溶液,每次一滴,同时记下相应的 pH 值及盐酸标准滴定溶液毫升数,当邻近两次 pH 值之差数达到最大时,即为总碱滴定终点(约 pH7.7)记录所耗用盐酸标准滴定溶液毫升数 V_2 。

空白试验:在另一玻璃滴定杯中,加入 10 mL 无水乙醇、1.1 mL 氢氧化钠溶液,按图 1 装好仪器,当滴定至 pH 值 11 时,分别滴入盐酸标准滴定溶液,每次加 1 滴,记下 pH 值及盐酸标准滴定溶液耗用毫升数,在 pH8.7 和 pH5.7 附近各有一个突跃,两个突跃处盐酸标准滴定溶液之差数 ΔV ,即为空白值。

5.3.1.5 结果计算

含量以色酚 AS-PH 的质量分数 w_1 计,数值以(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{cM(V_2 - V_1 - \Delta V)/1\,000}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中:

- c ——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_1 ——滴定游离碱时消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——滴定总碱时所消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- ΔV ——空白试验时所消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——色酚 AS-PH 的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(C_{19}H_{17}O_3N) = 307.4$];
- m ——色酚 AS-PH 试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.1.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.3%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.3.2 高效液相色谱法测定色酚 AS-PH 及有机杂质 2-羟基-3-萘甲酸的含量

5.3.2.1 方法提要

采用高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以含磷酸二氢钾的甲醇、水为流动相,分离色酚 AS-PH 及各有机杂质组分,经紫外检测器检测,用峰面积外标法测定色酚 AS-PH 含量,用峰面积归一化法测定有机杂质 2-羟基-3-萘甲酸的含量。

5.3.2.2 仪器与试剂

- a) 高效液相色谱仪: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。
- b) 数据处理机:满量程 1 mV~5 mV 记录器或色谱工作站。
- c) 甲醇:色谱纯。
- d) 色酚 AS-PH 标准品。
- e) 磷酸二氢钾溶液:1 g/L,磷酸调 pH=3.5~4。
- f) 分析天平(感量:0.01 mg)。
- g) 定量环:10 μ L。

5.3.2.3 色谱分析条件

- a) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 ODS C₁₈、粒径 5 μm。
- b) 流动相:甲醇+磷酸二氢钾溶液=70+30。
- c) 流速:0.8 mL/min。
- d) 波长:240 nm。
- e) 进样量:10 μL。

可根据装置不同,气候条件不同,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。

5.3.2.4 标样和试样溶液的配制

称取色酚 AS-PH 标样和试样各 10 mg~11 mg(精确至 0.01 mg)分别置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,盖紧瓶塞,于超声波发生器中振荡、充分溶解,为标样和试样溶液。

5.3.2.5 分析步骤

开机预热,待仪器运行稳定后,用微量注射器分别吸取标准溶液和样品溶液依次注入并充满进样阀,待最后一个组分流完(色谱图见图 2),用数据处理机进行结果处理。

5.3.2.6 结果计算

含量以色酚 AS-PH 的质量分数 w_2 计,数值以(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_m W_s}{A_s m_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——试样色酚 AS-PH 的峰面积数值,单位为毫伏·秒(mV·s);

A_s ——标样色酚 AS-PH 的峰面积数值,单位为毫伏·秒(mV·s);

W_s ——标样色酚 AS-PH 的质量分数,单位为百分数(%);

m_s ——标样色酚 AS-PH 的质量数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——试样色酚 AS-PH 的质量数值,单位为毫克(mg)。

2-羟基-3-萘甲酸含量以 w_3 计,数值以(%)表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_1 ——2-羟基-3-萘甲酸的峰面积数值,单位为毫伏·秒(mV·s);

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值的总和,单位为毫伏·秒(mV·s)。

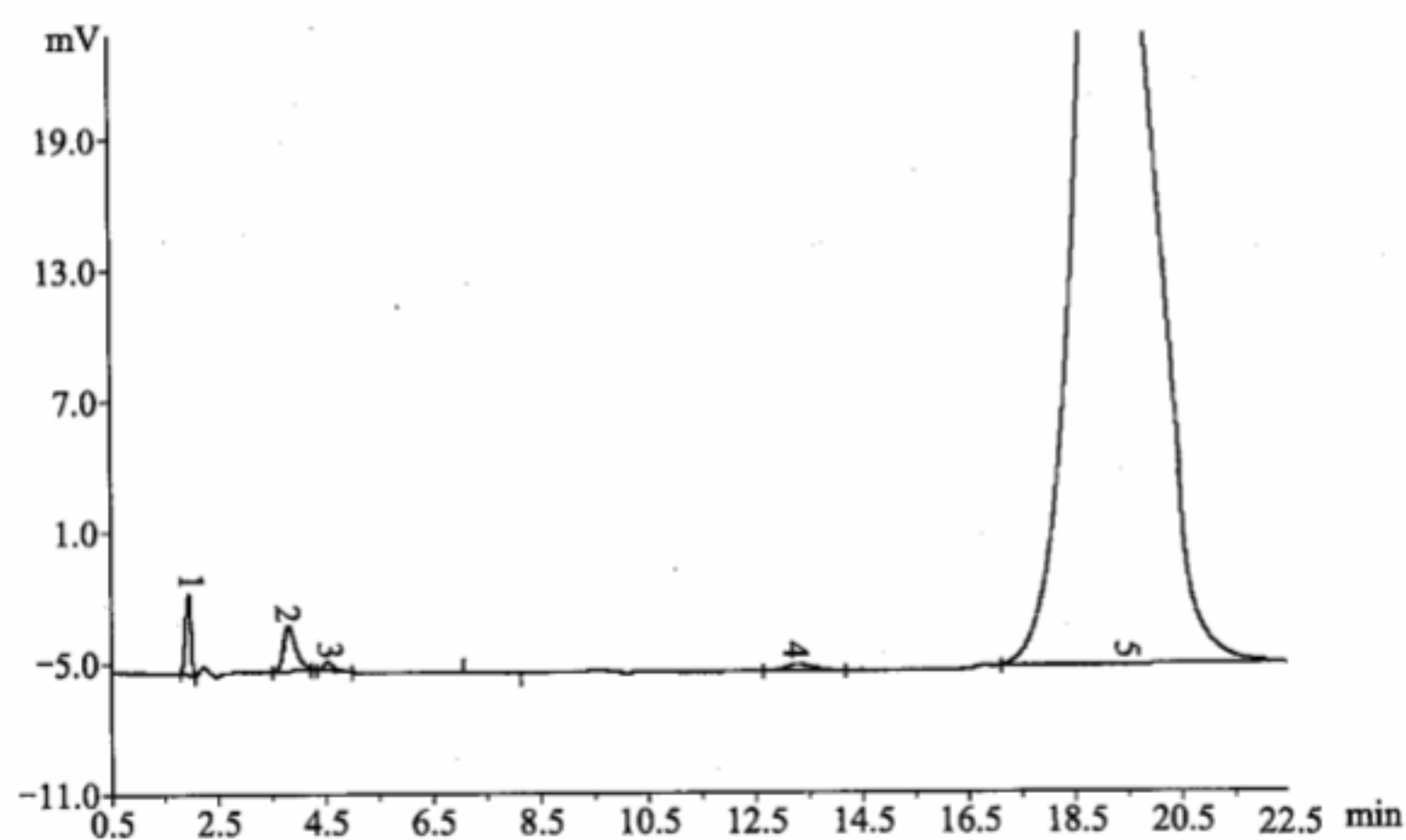
计算结果表示到小数点后两位。

5.3.2.7 允许差

色酚 AS-PH 两次平行测定结果之差应不大于 0.5%(质量分数),其他有机杂质两次平行测定结果之差应不大于 0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

5.3.3 色谱图

色酚 AS-PH 色谱示意图见图 2。



- 1——溶剂；
- 2——未知物；
- 3——2-羟基-3-萘甲酸；
- 4——未知物；
- 5——色酚 AS-PH。

图2 色酚 AS-PH 色谱示意图

5.4 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384 的有关规定进行。传热介质为硅油。

5.5 碱不溶物含量的测定

按 GB/T 2381—2006 中有关“色酚”规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第3章表1中规定的1~4项为出厂检验项目,第5项为型式检验项目,在正常连续生产时每年至少检验一次。有下列情况之一时要随时进行检验。

- 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) 客户提出要求时。

6.2 出厂检验

色酚 AS-PH 应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的色酚 AS-PH 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,则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

色酚 AS-PH 的每个包装容器上都应涂上牢固、清晰的标志,注明:产品名称、注册商标、净含量、生

产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上,并和产品质量检验合格的证明一起放入包装容器内的塑料袋外面。

7.2 包装

色酚 AS-PH 用内衬塑料袋的麻袋、编织袋或铁桶包装,每袋(桶)净含量 25 kg 或 50 kg,其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时不接近火源,搬运时应小心轻放,避免重压,以免包装损坏。

7.4 贮存

色酚 AS-PH 应贮存在清洁、干燥、通风的库房内,不得接近火源,防止受潮受热。

中华人民共和国
化工行业标准
色酚 AS-PH

HG/T 3959—2007

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数14千字

2008年1月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0511

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:8.00元

版权所有 违者必究