

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10

G 56

备案号: 38637—2013

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2745—2012

代替 HG/T 2745—2006

## 2-羟基-3-萘甲酸

2-Hydroxy-3-naphthoic acid

2012-12-28 发布

2013-06-01 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《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2745—2006《2-羟基-3-萘甲酸》，与 HG/T 2745—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 取消了产品用途的说明(见 1, 2006 年版的 1)；
  - 增加了 CAS RN(见 1, 2006 年版的 1)；
  - 采用最新(2009 年)国际相对原子质量(见 1, 2006 年版的 1)；
  - 增加了化学法测定 2-羟基-3-萘甲酸含量的指标和方法(见 3.5.4)；
  - 取消了 1-羟基-2-萘甲酸的指标(2006 年版的 3)；
  - 修改了 2-羟基-6-萘甲酸的指标(见 3, 2006 年版的 3)；
  - 提高了优等品水分和灰分的指标(见 3, 2006 年版的 3)；
  - 采样量由 200 g 修改为 500 g(见 4, 2006 年版的 4)；
  - 修改了 2-羟基-3-萘甲酸及有机杂质液相色谱定量方法和检测波长(见 5.5, 2006 年版的 5.5)；
  - 明确“检验规则”表述(见 6, 2006 年版的 6)；
  - 明确、更新了“标志、标签”内容(见 7.1, 7.2, 2006 年版的 7.1)；
  - 包装规定中增加了净含量误差范围(见 7.3, 2006 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/TC134)归口。
- 本标准起草单位：济宁阳光煤化有限公司、沈阳化工研究院有限公司。
- 本标准主要起草人：张景宏、沈日炯、何敬华、李春梅。
- 本标准所代替标准的历次版本发布情况为：
- HG 2-304—1965、HG 2-304—1980、HG/T 2745—1996、HG/T 2745—2006。

## 2-羟基-3-萘甲酸

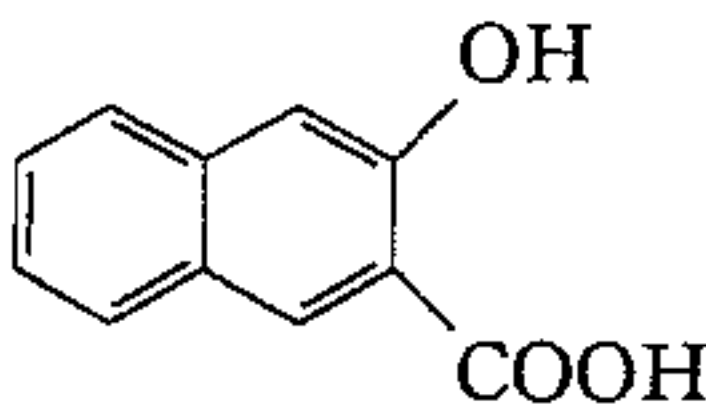
**警告——**使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了 2-羟基-3-萘甲酸(2,3-酸)的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于 2-羟基-3-萘甲酸产品的质量控制。

结构式:



分子式:  $C_{11}H_8O_3$

相对分子质量: 188.18(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 92-70-6

### 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,仅所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 2384—2007 染料中间体 熔点范围测定通用方法
- GB/T 2386—2006 染料及染料中间体 水分测定
- 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
- GB/T 21876 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

### 3 要求

2-羟基-3-萘甲酸的质量要求应符合表 1 的规定。



表 1 2-羟基-3-萘甲酸的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	优等品	合格品	
(1) 外观	浅黄色均匀粉末		5.2
(2) 干品初熔点/℃	≥ 218.0	217.0	5.3
(3) 2-羟基-3-萘甲酸的质量分数(化学法)/%	≥ 98.00	97.00	5.4
(4) 2-羟基-3-萘甲酸的纯度(HPLC)/%	≥ 99.00	98.50	5.5
(5) 2-萘酚的含量(HPLC)/%	≤ 0.50	1.00	5.5
(6) 2-羟基-6-萘甲酸(2,6-酸)的含量(HPLC)/%	≤ 0.30	0.40	5.5
(7) 碱不溶物的质量分数/%	≤ 0.20	0.20	5.6
(8) 水分的质量分数/%	≤ 0.20	0.30	5.7
(9) 灰分的质量分数/%	≤ 0.20	0.50	5.8

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 的规定采样。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,另一个保存备查。

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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、指示剂,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

在自然光线下采用目视评定。

5.3 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384—2007 中的规定进行。

5.4 2-羟基-3-萘甲酸含量的测定(化学法)

5.4.1 测定原理

在乙醇介质中,利用非水酸碱滴定的原理,测定 2-羟基-3-萘甲酸含量。

5.4.2 试剂和溶液

- a) 乙醇:95 %;
- b) 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ ;
- c) 1-萘酚酞指示液:1 g/L。

5.4.3 测定步骤

称取试样约 0.8 g(精确至 0.000 1 g),于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL 乙醇溶解,加 1 mL 1-萘酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至呈现浅黄绿色即为终点。

同时做空白试验。

5.4.4 结果计算

2-羟基-3-萘甲酸含量以质量分数  $w_1$  计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

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

式中：

- c——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
- V——滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；
- V<sub>0</sub>——空白试验中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-羟基-3-萘甲酸的摩尔质量数值，单位为克每摩尔(g/mol)[M(C<sub>11</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>)=188.18]；
- 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。

5.4.5 允许差

2-羟基-3-萘甲酸含量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。

5.5 2-羟基-3-萘甲酸及有机杂质的测定(HPLC)

5.5.1 测定原理

采用高效反相离子对色谱法，在 C<sub>18</sub> 柱上，以甲醇、水和磷酸二氢铵离子对试剂为流动相，分离 2-羟基-3-萘甲酸及各有机杂质组分，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法测定 2-羟基-3-萘甲酸及各有机杂质含量。

5.5.2 仪器设备

- a) 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 %；检测器为多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器；
- b) 色谱柱：长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C<sub>18</sub> 5 μm；
- c) 色谱工作站或积分仪；
- d) 5 μL 定量环；
- e) 电子天平：感量 0.1 mg；
- f) 超声波发生器。

5.5.3 试剂和溶液

- a) 甲醇：色谱纯；
- b) 磷酸二氢铵；
- c) 缓冲盐水溶液：0.08 mol/L 磷酸二氢铵；
- d) 水：经 0.45 μm 滤膜过滤；
- e) 甲醇水溶液：甲醇与水的体积比=1：1。

5.5.4 色谱分析条件

- a) 流动相：甲醇与缓冲盐水的体积比=45：55；
- b) 波长：230 nm；
- c) 流量：1.0 mL/min；
- d) 进样量：5 μL。

可根据装置不同，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。

5.5.5 测定步骤

称取试样约 0.4 g (精确至 0.000 1 g) 于 25 mL 棕色容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度。吸取 1.0 mL 此样品溶液置于 50 mL 棕色容量瓶中，用甲醇水溶液溶解并稀释至刻度，盖紧瓶塞，置于超声波发生器中振荡、充分溶解，为试样溶液。

待仪器运行稳定后，吸取试样溶液注入 5 μL 定量环中，待组分流完，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。



5.5.6 结果计算

2-羟基-3-萘甲酸及各有机杂质含量以  $w_i$  计,数值用%表示,按式(2)计算:

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

式中:

$A_i$ ——试样溶液中各组分的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样溶液中各组分峰面积数值之和。

计算结果保留到小数点后两位。

5.5.7 允许差

2-羟基-3-萘甲酸平行测定结果之差应不大于 0.30 %,其他有机杂质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。

5.5.8 色谱示意图

色谱示意图见图 1。

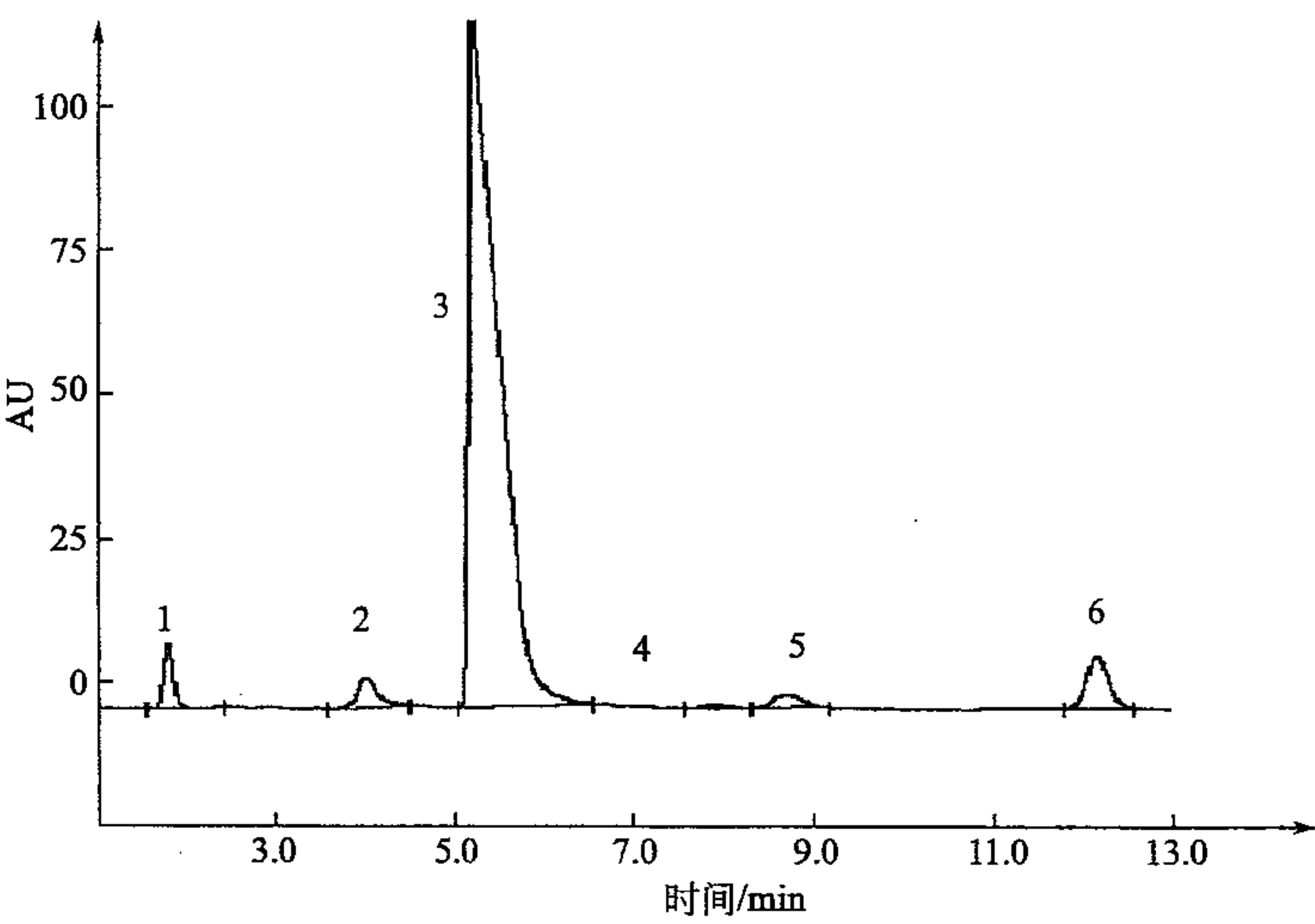


图 1 2-羟基-3-萘甲酸液相色谱示意图

- |                |                |
|----------------|----------------|
| 1——溶剂;         | 4——1-羟基-2-萘甲酸; |
| 2——2-羟基-6-萘甲酸; | 5——未知物;        |
| 3——2-羟基-3-萘甲酸; | 6——2-萘酚。       |

5.6 碱不溶物的测定

5.6.1 仪器和设备

G<sub>3</sub> 玻璃坩埚式过滤器。

5.6.2 试剂和溶液

氢氧化钠溶液:20 g/L。

5.6.3 测定步骤

称取 2-羟基-3-萘甲酸试样 2 g(精确至 0.000 1 g)于 400 mL 烧杯中,加 50 mL 氢氧化钠溶液,加热到 30 ℃溶解,用已恒重的 G<sub>3</sub> 玻璃坩埚式过滤器过滤,用水洗涤至滤液不呈黄色,在 100 ℃~105 ℃烘箱中烘至恒重。

5.6.4 结果计算

碱不溶物以质量分数  $w_2$  计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_2$ ——恒重后 G<sub>3</sub> 玻璃坩埚式过滤器及碱不溶物的质量，单位为克(g)；

$m_0$ ——恒重后 G<sub>3</sub> 玻璃坩埚式过滤器的质量，单位为克(g)；

$m_1$ ——试样的质量，单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

### 5.7 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.4 规定进行，溶剂为甲醇。

### 5.8 灰分的测定

按 GB/T 21876 的规定进行。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 所列的所有检验项目均为型式检验项目，除表 1 中(7)～(9)项外，其余均为出厂检验项目，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) 客户提出要求时。

### 6.2 出厂检验

2-羟基-3-萘甲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-羟基-3-萘甲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，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、贮存

### 7.1 标志

2-羟基-3-萘甲酸的每个包装上都应涂印耐久、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) 生产许可证编号和标志；
- e) 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

2-羟基-3-萘甲酸用内衬塑料袋(塑料袋应扎口)的编织袋、铁桶或木桶包装。每桶(袋)净含量 25 kg±0.25 kg 或 50 kg±0.50 kg，其他包装可与用户协商确定。

#### 7.4 运输

2-羟基-3-萘甲酸产品在运输过程中应防止暴晒和碰撞。

#### 7.5 贮存

2-羟基-3-萘甲酸应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内。

---



中华人民共和国

化工行业标准

**2-羟基-3-萘甲酸**

HG/T 2745—2012

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）

化学工业出版社印刷厂

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

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1430

---

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。

---

版权所有 违者必究