

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:38636—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4416—2012

2,3-二羟基萘

2,3-Dihydroxynaphthalene

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：南通柏盛化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：袁仲飞、杨杰民。

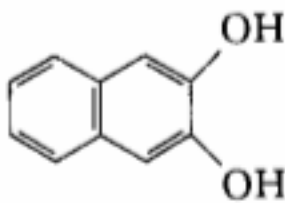
2,3-二羟基萘

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。

1 范围

本标准规定了 2,3-二羟基萘的要求、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 2,3-二羟基萘的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_{10}H_8O_2$
相对分子质量: 160.17(按 2009 年国际相对原子质量)
CAS RN: 92-44-4

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 2384—2007 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—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 20814 染料产品中 10 种重金属元素的限量及测定

3 要求

2,3-二羟基萘的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2,3-二羟基萘的质量要求

项 目	指 标	试验方法
(1)外观	灰白色至微红色粉末	5.2
(2)纯度/% ≥	98.00	5.3
(3)干品初熔点/℃ ≥	161.0	5.4
(4)铁离子的质量分数/(mg/kg) ≤	10.0	5.5

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

除非另有说明,仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 中规定的三级水,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 2,3-二羟基萘纯度的测定

5.3.1 方法原理

采用反相高效液相色谱法,在 C₁₈ 柱上,以甲醇和磷酸二氢钾水溶液为流动相,分离 2,3-二羟基萘,经紫外检测器(254 nm)检测,用峰面积归一化法计算 2,3-二羟基萘的纯度。

5.3.2 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,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 ODS C₁₈、粒径 3.5 μm 或 5 μm;

c) 色谱工作站或积分仪;

d) 进样器:微量注射器或自动进样器;

e) 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3.3 试剂和溶液

a) 甲醇:色谱纯;

b) 磷酸二氢钾;

c) 磷酸;

d) 磷酸二氢钾溶液:2 g/L 磷酸二氢钾,磷酸调 pH 值为 3~3.5;

e) 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.3.4 色谱操作条件

a) 流动相:甲醇与磷酸二氢钾溶液的体积比=45:55;

b) 波长:254 nm;

c) 流量:1.0 mL/min;

d) 进样量:5 μL;

e) 柱温:室温。

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。

5.3.5 试样溶液的制备

称取 2,3-二羟基萘试样约 10 mg(精确至 0.1 mg)置于 10 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,冷却至室温,摇匀,为试样溶液。

5.3.6 测定步骤

开启色谱仪。待色谱仪各项操作条件稳定后,用进样器吸取试样溶液注入进样阀,待组分流出完毕(见图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.3.7 色谱图

色谱图见图 1。

5.3.8 结果计算

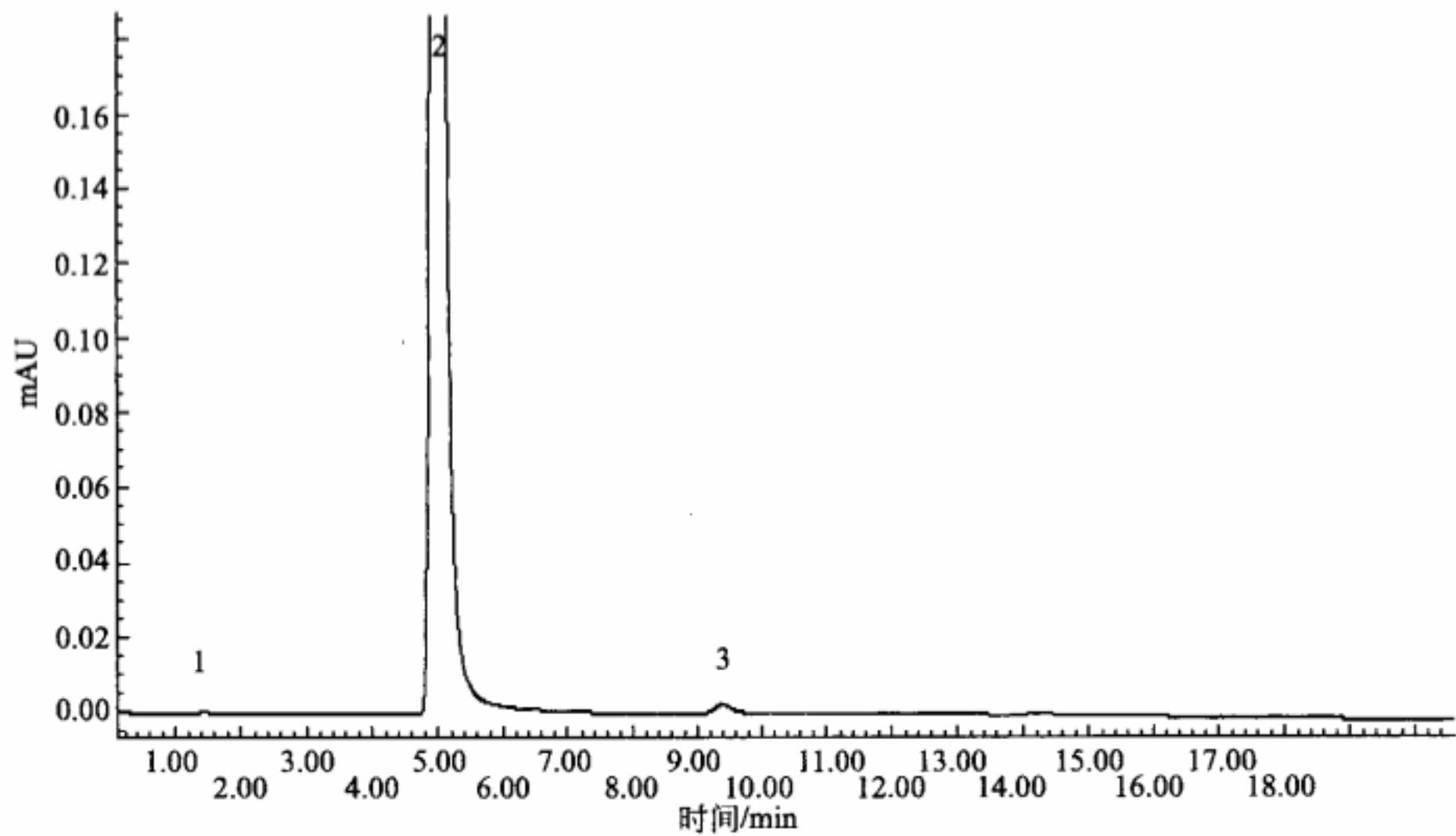
2,3-二羟基萘纯度以 w_1 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：
A₁——2,3-二羟基萘的峰面积数值；
ΣA_i——2,3-二羟基萘及其有机杂质的峰面积数值之和。
计算结果表示到小数点后两位。

5.3.9 允许差

2,3-二羟基萘纯度平行测定结果之差应不大于 0.50 %，取其算术平均值作为测定结果。



1——溶剂；
2——2,3-二羟基萘；
3——未知物。

图 1 2,3-二羟基萘色谱示意图

5.4 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384—2007 进行。烘干温度 100 °C～105 °C。

5.5 铁离子的测定

5.5.1 原子吸收法(仲裁法)

按 GB 20814 的相关规定进行测定。

5.5.2 比色法

5.5.2.1 方法提要

用抗坏血酸将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子，在 pH=2~9 时，二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物与标准铁色价比较。

5.5.2.2 设备和材料

- a) 比色管:25 mL;
- b) 移液管:1 mL、5 mL、10 mL;
- c) 瓷坩埚:30 mL。

5.5.2.3 试剂和溶液

- a) 硫酸亚铁铵;
- b) 硝酸溶液:硝酸与水的体积比=1 : 9;
- c) 抗坏血酸溶液:2 g/L;
- d) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5;

e) 邻菲罗啉溶液:0.2 g/L。

5.5.2.4 标准溶液的制备

5.5.2.4.1 铁标准溶液:0.1 mg/mL

准确称取 0.702 g(精确至 0.000 1 g)硫酸亚铁铵,溶于含有 0.5 mL 硫酸的水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度摇匀备用(A 液)。

5.5.2.4.2 铁标准溶液:0.001 mg/mL

准确吸取 1 mL 标准溶液 A 液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。此溶液现用现配(B 液)。

5.5.2.5 测定步骤

称取试样 2.0 g(精确至 0.000 1 g)置于 30 mL 瓷坩埚中,在电炉上炭化,然后移入高温炉中在 700 ℃下灼烧 4 h,取出冷却至室温将灰化的残渣用 4 mL 硝酸溶液溶解,然后移入 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤坩埚,用水稀释至刻度摇匀。

分别吸取试样液 10 mL,标准溶液(B 液)0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL……10.0 mL,于 25 mL 比色管中,分别加 1 mL 抗坏血酸溶液、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、1 mL 邻菲罗啉溶液,稀释至刻度摇匀,放置 15 min 所呈红色与标准铁色价进行比较。

5.5.2.6 结果计算

铁含量以质量分数 w_2 计,数值用 mg/kg 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{cV \times 1\,000}{m \times V_1 / 100} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c——铁标准溶液浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V——加入已知铁含量标准溶液(B 液)体积的数值,单位为毫升(mL);
- m——试样质量的数值,单位为克(g);
- V_1 ——吸取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2,3-二羟基萘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 2,3-二羟基萘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

2,3-二羟基萘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/批号;
- d) 生产许可证编号和标志(如适用);
- 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。

7.3 包装

2,3-二羟基萘用内衬黑色塑料袋的纸桶包装,每桶净含量 $50\text{ kg} \pm 0.50\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

2,3-二羟基萘运输过程中应防雨、防晒、防止碰破和避免压坏包装。

7.5 贮存

2,3-二羟基萘应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

2,3-二羟基萘

HG/T 4416—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 1/2 字数 11 千字

2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·1419

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:10.00 元

版权所有 违者必究