

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:30208—2011

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3413—2010

代替 HG/T 3413—2000

---

### 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐(R 盐)

2-Naphthol-3,6-disulfonic acid disodium salt(R Salt)

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》进行编制。

本标准代替 HG/T 3413—2000《2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐(R盐)》。

本标准与 HG/T 3413—2000 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 增加了 CAS RN(见 1);
- 规范分子式的写法(见 1,2000 年版的 1);
- 对液相色谱操作条件进行了修改(见 5.3,2000 年版的 5.3);
- 水分指标名称修改为加热减量(见 5.4,2000 年版的 5.4);
- 取消了附录 A。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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:沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:沈日炯、季浩。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- HG/T 3413—1990;
- HG/T 3413—2000。

## 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐(R 盐)

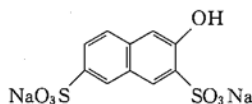
**警告**——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐(R 盐)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-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐产品的质量控制。

结构式:



分子式:  $C_{10}H_6Na_2O_7S_2$

相对分子质量: 348.26 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 135-51-3

### 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 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 2386—2006 染料及染料中间体 水分的测定

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-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐的质量要求

项 目	指 标		
	干 品		潮 品
	优等品	一等品	
(1) 外观	灰白色粉状物		灰白色膏状物
(2) 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐的质量分数/% $\geq$	90.00	60.00	30.00
(3) 2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G盐)的质量分数/% $\leq$	0.20	0.50	0.25
(4) 薛佛盐的质量分数/% $\leq$	0.30	1.00	0.50
(5) 加热减量的质量分数/% $\leq$	5.00	5.00	—

#### 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,所采样品总量干品不得少于 500 g,潮品不得少于 1 000 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中,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、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

在自然光线下采用目视评定。

##### 5.3 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐含量的测定

###### 5.3.1 方法原理

2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐及杂质薛佛盐在碱性条件下与碘定量反应,G盐不参加反应。反应终点用淀粉指示液确定。

###### 5.3.2 试剂和溶液

- 碳酸氢钠;
- 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ ;
- 碘标准滴定溶液: $c(1/2\text{I}_2)=0.1\text{ mol/L}$ ;
- 无水碳酸钠溶液:100 g/L;
- 盐酸溶液:盐酸与水的体积比=1:4;
- 刚果红试纸;
- 淀粉指示液:10 g/L。

###### 5.3.3 测定步骤

称取干品试样 10 g~15 g(潮品试样 30 g)(精确至 0.001 g)于 200 mL 烧杯中,用水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

吸取上述溶液 20.0 mL,置于 600 mL 烧杯中,用无水碳酸钠溶液中和至刚果红试纸变红,再加 5 mL 盐酸溶液酸化至刚果红试纸变蓝,加 5 g 碳酸氢钠,并加冰水使溶液体积约为 200 mL,在  $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim$

5℃下准确加入 25.0 mL 碘标准滴定溶液,在冰浴中静置 5 min 后,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失,即为终点。

在同样条件下做空白试验。

#### 5.3.4 结果计算

2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐的含量以质量分数  $w_1$  计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(cV - c_1V_1)/1\,000](M/2)}{m_1(V_2/V_3)} \times (100 - w_i) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $c$ ——碘标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V$ ——加入碘标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);
- $c_1$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_1$ ——滴定时所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);
- $M$ ——2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [ $M(C_{10}H_6Na_2O_7S_2) = 348.26$ ];
- $w_i$ ——本方法 5.4 中测定的薛佛盐的质量分数,以%表示;
- $m_1$ ——试样的质量数值,单位为克(g);
- $V_2$ ——20mL 移液管量取试样溶液的准确体积数值,单位为毫升(mL);
- $V_3$ ——500mL 容量瓶的准确体积数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

#### 5.3.5 允许差

两次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。

### 5.4 薛佛盐、G 盐含量的测定(HPLC)

#### 5.4.1 方法原理

采用反相高效液相色谱法分离各有机组分,用峰面积外标法计算 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐中薛佛盐、G 盐的质量分数。

#### 5.4.2 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  $\pm 1\%$ ;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) 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  $\mu m$ ;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 平头微量注射器:10  $\mu L$ ~25  $\mu L$ ;
- e) 超声波发生器。

#### 5.4.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 四氢呋喃;
- c) 四丁基溴化铵;
- d) 磷酸二氢钾;
- e) G 盐标准品:本实验条件下无其他杂质检出;
- f) 薛佛盐标准品:本实验条件下无其他杂质检出。

#### 5.4.4 色谱操作条件

- a) 流动相:甲醇、水与四氢呋喃的体积比 = 122 : 368 : 10 (内含 1.61 g/L 四丁基溴化铵和 2.72 g/L 磷酸二氢钾);
- b) 波长:237 nm;

c) 流量:0.8 mL/min;

d) 进样量:5  $\mu$ L。

可根据仪器设备不同,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。

#### 5.4.5 标准溶液的制备

##### 5.4.5.1 单一标准溶液的制备

a) 称取 G 盐标准品约 0.2 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,混匀,此溶液为 A 液。

b) 称取薛佛盐标准品约 0.2 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,混匀,此溶液为 B 液。

##### 5.4.5.2 混合标准溶液的制备

按表 2 要求分别吸取上述单一标准溶液至 50 mL 容量瓶中,用水稀释并定容,配制成混合标准溶液。混合标准溶液有效期为三个月。

表 2 混合标准溶液配制

单位为毫升

序 号	1	2	3	4
吸取单一标准溶液 A 体积	0.10	0.20	0.30	0.40
吸取单一标准溶液 B 体积	0.10	0.20	0.30	0.40
用水稀释后的体积	50.0	50.0	50.0	50.0

##### 5.4.5.3 试样溶液的制备

称取 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐干品试样 0.2 g(精确至 0.000 2 g)或潮品试样 0.5 g(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 棕色容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,此溶液为试样溶液。

#### 5.4.6 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器分别吸取标样溶液和试样溶液各 5  $\mu$ L 注入进样阀,待最后一个组分流出完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

#### 5.4.7 结果计算

2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐中的薛佛盐、G 盐含量以质量分数  $w_i$  计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i m_{si} w_{si}}{A_{si} m_2} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$A_i$ ——试样溶液中组分  $i$  的峰面积数值;

$m_{si}$ ——混合标准溶液中标样  $i$  的质量数值,单位为克(g);

$w_{si}$ ——标样  $i$  的质量分数,以 % 表示;

$A_{si}$ ——标样溶液中组分  $i$  的峰面积数值;

$m_2$ ——试样的质量数值,单位为克(g)。

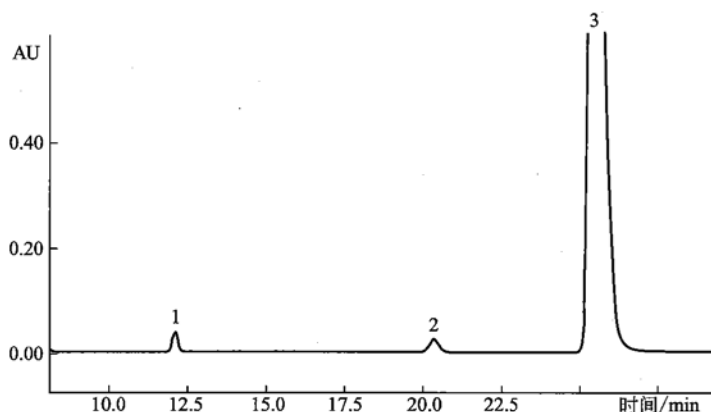
计算结果表示到小数点后两位。

#### 5.4.8 允许差

两次平行测定结果之差优等品应不大于 0.05 % (质量分数),其余级别应不大于 0.10 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

#### 5.4.9 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——薛佛盐；  
 2——2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G盐)；  
 3——2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐(R盐)。

图 1 2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐液相色谱示意图

### 5.5 加热减量的测定

按照 GB/T 2386—2006 中“3.2 烘干法”的规定进行测定。称样量 2 g, 烘干温度  $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

## 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-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐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-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐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, 则整批产品不能验收。

## 7 标志、标签、包装、运输、贮存

### 7.1 标志、标签

#### 7.1.1 标志

2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐的每个包装容器上均应涂印耐久、清晰的标志, 标志内容至少应有:

- 产品名称;
- 生产厂名称、地址;
- 生产日期;
- 生产许可证编号;
- 净含量;
- 产品质量检验合格证明。

#### 7.1.2 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。

## 7.2 包装

2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐采用麻袋或编织袋内衬塑料袋包装。潮品每袋净含量  $50\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ , 干品每袋净含量  $25\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

## 7.3 运输

运输过程中应防止曝晒、碰撞和雨淋, 运输工具应清洁、干燥。

## 7.4 贮存

贮存于阴凉、干燥、通风处, 防止受热、受潮, 远离火源。

---



中华人民共和国

化工行业标准

**2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐(R盐)**

HG/T 3413—2010

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13千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0937

---

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