

HG

中华人民共和国化工行业标准

染料中间体 (2002)

2002-09-28 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3414—1990《2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)》的修订而成。

本标准与 HG/T 3414—1990 的主要差异是:

- G 盐含量和有机杂质 R 盐含量由化学法分析修改为液相色谱法。
- 将粉状物、膏状物两个规格修改为干品、潮品两个规格。
- 提高了 R 盐含量指标。
- 降低了潮品 G 盐含量的指标。

本标准的附录 A、附录 B 是标准的附录。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3414—1990。

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归口。

本标准起草单位:沈阳化工研究院、江苏雄鹰实业股份有限公司。

本标准主要起草人:陆巍娜、沈日炯、吴劲松。

本标准于 1984 年首次发布为化工部颁标准 HG 2—1544—1984,1990 年修订为专业标准 ZB G56 009—1990,1998 年调整为推荐性化工行业标准并重新编号为 HG/T 3414—1990。

本标准由全国染料标准化技术委员会负责解释。

2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)

代替 HG/T 3414—1990

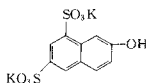
2-Naphthol-6,8-Disulfonic Acid Potassium Salt(G Salt)

1 范围

本标准规定了 2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)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。

该产品主要用作染料中间体。

结构式：



分子式： $C_{10}H_6O_7S_2K_2$

相对分子质量：380.48(按 1997 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2386—1980 染料及染料中间体水分的测定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696 : 1987)

3 要求

2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)的质量应符合表 1 的要求。

表 1 2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)的质量要求

项 目	指 标	
	干 品	潮 品
外观	白色或浅灰色粉末	灰白色膏状物
G 盐含量, %	≥ 90.0	68.5
R 盐含量, %	≤ 0.60	0.50
水分, %	≤ 1.00	—

4 采样

采样以批为单位,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。干品采样袋数应符合 GB/T 6678—1986

中 6.6 的规定。潮品 100% 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, 干品所采样品总量不得少于 500 g, 潮品采样总量不得少于 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

除另有说明, 本标准所用试剂均指分析纯试剂, 水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中 5.2 修约值比较法进行。

5.1 外观的评定

采用自然光下目视评定。

5.2 2-萘酚-6,8-二磺酸钾盐(G 盐)含量及 R 盐含量的测定

5.2.1 方法提要

采用反相液相色谱法, 用内标法进行定量以求得 G 盐含量及 R 盐含量。

5.2.2 仪器、设备

a) 液相色谱仪: 应满足操作要求。

输液泵: 流量范围 0.1~5 mL/min, 在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$ 。

检测器: 254 nm 单波长紫外分光光度检测器或具有同等性能的分光光度检测器。

b) 色谱柱: 内径 4.6 mm, 长 150 mm, 不锈钢柱。

固定相: 5 μ m ODS C₁₈ 固定相。

c) 数据处理机: 满量程 1~5 mV 记录器或通用色谱数据处理机。

d) 微量注射器: 25 μ L 平头微量注射器。

e) 超声波发生器。

5.2.3 试剂和材料

a) 甲醇。

b) 四氢呋喃: 色谱纯。

c) 四丁基溴化铵。

d) 磷酸二氢钾。

e) G 盐标准品。

f) R 盐标准品(精制和分析方法见附录 A 和附录 B)。

g) 氨基 G 酸标准品(精制和分析方法见附录 A 和附录 B)。

5.2.4 色谱分离条件

a) 流动相体积配比: 甲醇 + 水 + 四氢呋喃 = 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: 254 nm。

c) 流量: 0.8 mL/min。

d) 柱温: 室温。

e) 进样量: 10 μ L。

可根据装置不同, 气候条件不同, 选择最佳分离条件和合适的 pH 值, 流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

5.2.5 分析步骤

5.2.5.1 标准溶液的制备

a) 称取 G 盐标准品约 1.0 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, 此为 A 液。

b) 称取 R 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,此为 B 液。

c) 称取氨基 G 酸标准品约 0.2 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 棕色容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,混匀,此为内标溶液 C。

5.2.5.2 标准混合溶液的制备

按表 2 的规定分别移取 A 液、B 液、内标溶液 C 于三个已编号的 50 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混合均匀,制得 1 号、2 号、3 号标准混合溶液。

表 2 标准混合溶液的组成

mL

序 号	1	2	3
A 液	7.0	8.0	9.0
B 液	0.32	0.48	0.64
C 液	3.0	3.0	3.0

5.2.5.3 试样溶液的制备

称取 2-萘酚-6,8-二磺酸钾盐(G 盐)试样约 1.0 g(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用水溶解、混匀并稀释至刻度,分别移取 8 mL 此溶液、3.0 mL 内标溶液 C 于 50 mL 棕色容量瓶中,用水溶解、混匀并稀释至刻度,此为试样溶液。

5.2.5.4 测定

开机预热 40 min,待仪器运行稳定后,用微量注射器分别吸取试样溶液和与试样溶液中 G 盐、R 盐浓度相近的标准混合溶液各 10 μ L 注入进样阀中进样,并用数据处理机进行结果处理。

分析工作结束后,用水冲洗系统约 30 min,再用甲醇冲洗约 20 min,再行关机。

5.2.5.5 分析结果的表述

以质量分数(%)表示的 G 盐、R 盐的含量 w_i 按式(1)计算:

$$w_i = \frac{r_i \cdot m_s \cdot w_s}{r_s \cdot m_i} \times \frac{V_s}{8} \quad (1)$$

式中: r_s ——标样溶液中 G 盐(或 R 盐)与内标物的响应值之比的平均值;

r_i ——试样溶液中 G 盐(或 R 盐)与内标物的响应值之比;

m_s ——标样 G 盐(或 R 盐)的质量, g;

m_i ——试样的质量, g;

w_s ——标样 G 盐(或 R 盐)的质量分数, %;

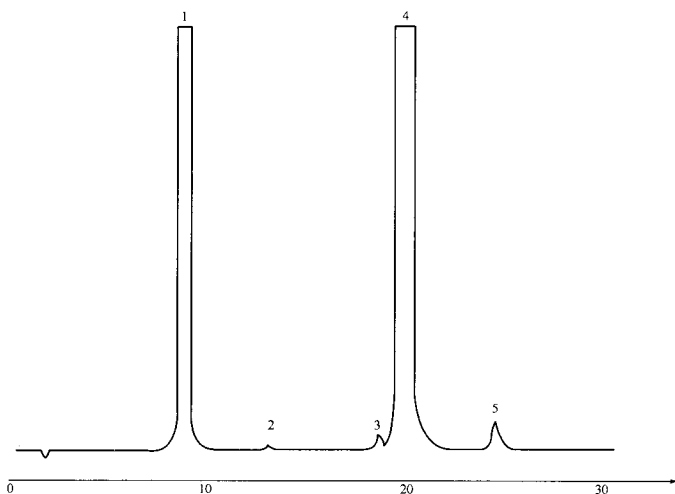
V_s ——吸取标样 G 盐(或 R 盐)的毫升数, mL。

5.2.5.6 允许差

两次平行测定结果之差 G 盐含量应不大于 0.5%, R 盐含量应不大于 0.1%。取其算术平均值作为测定结果。

5.2.5.7 色谱图

色谱图见图 1。



1—氨基 G 酸; 2—薛佛氏盐; 3—未知物; 4—G 盐; 5—R 盐

图 1 2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)液相色谱图示例

5.3 水分的测定

称样量为 5 g, 烘箱温度为 100~105℃。按 GB/T 2386 烘干法进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)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 2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)都符合本标准要求。

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复验。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

2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)的每个包装袋上都应涂上牢固、清晰的标志, 注明产品名称、规格、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麻袋或编织袋内的塑料袋外面。

7.2 包装

2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)采用麻袋或编织袋内衬塑料袋包装, 潮品每袋净含量 50 kg, 干品每袋净含量 25 kg。用户若需要其他包装可协商确定。

7.3 运输

运输中应防止曝晒、挤压、碰撞和雨淋,切勿损坏包装。

7.4 贮存

2-萘酚-6,8-二磺酸二钾盐(G 盐)应贮存于阴凉,干燥通风处,防止受潮、受热。

附录 A

(标准的附录)

R 盐、氨基 G 酸标准品的制备

A1 R 盐标准品的制备

称取 R 盐干品 50 g 置于 1 000 mL 烧杯中,加入 600 mL 水,在 80℃ 恒温水浴锅中不断搅拌,使之溶解。待完全溶解后,真空吸滤,弃去渣子,将滤液于冰浴中冷至 0~5℃,使之重结晶,真空吸滤。重复以上步骤多次,于 100~105℃ 烘箱内烘干至恒重,用液相色谱仪按 5.2.4 之条件进行分析。无其他杂质峰,视为标准品,以附录 B 中所示方法测其含量。

A2 氨基 G 酸标准品的制备

称取氨基 G 酸干品 100 g 置于 1 000 mL 烧杯中,加入 600 mL 水,在 80℃ 恒温水浴锅中,不断搅拌,使之溶解。待完全溶解后,真空吸滤,弃去渣子,将滤液于冰浴中冷至 0~5℃,使之重结晶,真空吸滤。重复以上步骤多次,于 100~105℃ 烘箱内烘干至恒重,用液相色谱仪按 5.2.4 之条件进行分析。无其他杂质峰,视为标准品,以附录 B 中所示方法测其含量。

附录 B

(标准的附录)

R 盐、氨基 G 酸标准品的分析

B1 R 盐标准品的分析

称取 R 盐标准品 0.6 g(精确至 0.000 2 g),置于 600 mL 烧杯中,用 100 g/L 无水碳酸钠溶液中和至刚果红试纸变红。再加(1+4)盐酸溶液 5 mL 酸化至刚果红试纸变蓝。加碳酸氢钠 5 g,并加冰水使溶液体积约为 200 mL,在 0~5℃ 下准确加入 25 mL 碘标准滴定溶液[$c(1/2I_2)=0.1 \text{ mol/L}$]。在冰浴中静置 5 min 后,用硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}$]滴定至淡黄色。加 10 g/L 淀粉溶液 3 mL,继续滴定至蓝色消失,即为终点。

在相同条件下做一空白试验,并在计算时扣除之。

以质量百分数(%)表示的 R 盐含量 w_1 按式(B1)计算:

$$w_1 = \frac{0.1741 \times (cV - c_1V_1)}{m} \times 100 \quad \text{..... (B1)}$$

式中: c ——碘标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——加入碘标准滴定溶液的体积, mL;

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——R 盐的质量, g;

0.1741——与 1.00 mL 碘标准滴定溶液[$c(1/2I_2)=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的 R 盐的质量。

B2 氨基 G 酸标准品的分析

称取氨基 G 酸 1 g(精确至 0.000 2 g),置于 600 mL 烧杯中,加水 400 mL 溶解,在搅拌下加(1+1)盐酸溶液 30 mL,在 5~10℃ 不停搅拌下,用 0.1 mol/L 亚硝酸钠标准滴定溶液滴定。在滴定时,应将滴定管尖端插入液面下,当滴定近终点时,将滴定管提离液面,继续滴加亚硝酸钠标准滴定溶液,并用淀粉-碘化钾试纸试验,当试液点在试纸上出现浅蓝色并保持 3 min 不消失,即为终点。

在同样条件下做一空白试验。

以质量百分数(%)表示的氨基 G 酸含量 w_2 按式(B2)计算:

$$w_2 = \frac{0.3031 \times c_2(V_2 - V_0)}{m_1} \times 100 \quad \text{..... (B2)}$$

式中: c_2 ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——滴定时所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白时所消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——氨基 G 酸的质量, g;

0.3031——与 1.00 mL 亚硝酸钠标准滴定溶液[$c(NaNO_2)=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的氨基 G 酸的质量。