

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

备案号:10973—2002

HG/T 3410—2002

前 言

本标准是等效采用日本工业标准 JIS K 4129—1995 对推荐性化工行业标准 HG/T 3410—1989《1-萘酚》修订而成。

本标准与 JIS K 4129—1995 的主要差异:

——外观由白至浅黄色固体修改为浅灰至红褐色片状,贮存时允许颜色变深。

——色谱柱填充物由甲基硅氧烷或氰乙基甲基硅氧烷(硅藻土载体)改为十二烷基苯磺酸钠(101 白色硅烷化载体)。

——将熔点修改为结晶点。

——本标准中未规定不挥发分和水分这两项指标。

本标准与 HG/T 3410—1989 的主要差异:

——取消了由不同合成方法制得的 1-萘酚合格品具有不同技术指标的要求。

——增加了外观的评定方法。

——凝固点修改为结晶点,并对其测定方法的表述进行了修改。

——取消了对挥发分、水分的检验项目及相应技术指标。

——对结晶点、1-萘酚含量、2-萘酚含量等技术指标进行了修订。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3410—1989。

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、常州市常宇化工厂(常州市樊达化工有限公司、常州市常虹化工技术开发有限公司)、常州市华达化工厂。

本标准主要起草人:季浩、周浩江、黄英。

本标准于 1989 年首次发布为专业标准 ZB G56 005—1989,1999 年调整为推荐性化工行业标准,并重新编号为 HG/T 3410—1989。

本标准由全国染料标准化技术委员会负责解释。

1-萘酚

代替 HG/T 3410—1989

1-Naphthol

1 范围

本标准规定了 1-萘酚的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

该产品主要用于染料、农药和医药工业中。

结构式：



分子式： $C_{10}H_8O$

相对分子质量：144.17(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 2385—1992 染料中间体结晶点的测定方法(neq ISO 1392 : 1977)

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)

GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

1-萘酚的质量应符合表 1 的要求。

表 1 1-萘酚的质量要求

项 目	指 标	
	优 等 品	合 格 品
外观	浅灰至红褐色片状、贮存时允许颜色变深	
结晶点, $^{\circ}C$	\geq 94.5	92.0
1-萘酚含量, %	\geq 99.5	95.5
低沸物含量, %	\leq 0.10	—
2-萘酚含量, %	\leq 0.20	4.50
高沸物含量, %	\leq 0.10	—

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。每批采样数应符合 GB/T 6678—1986 中 6.6 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。用探管从包装袋的上、中、下三部分采样,所采样品总量不得少于 200 g。将所采样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的棕色或黑色容器中,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 结晶点的测定

称取样品 20 g,按 GB/T 2385—1992 中规定的套管法进行。

两次平行测定结果之差不得大于 0.1℃。取算术平均值作为结果。

5.3 1-萘酚及有机杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法,在填充气相色谱柱上,分离 1-萘酚、2-萘酚、高沸物及低沸物等有机杂质组分,经氢火焰检测器(FID)检测,采用校正峰面积归一法定量。

5.3.2 仪器、设备

- 气相色谱仪:灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的规定。
- 数据处理机:满量程 1~5 mV,响应时间 1 s 的记录器或具有此功能的数据处理机。
- 色谱柱:内径 3.2~3.5 mm,长 1 m 玻璃柱或不锈钢柱。
- 微量注射器:1~5 μL 。

5.3.3 色谱柱的制备

5.3.3.1 填充物

- 载体:101 白色硅烷化担体(149~177 μm)。
- 固定液:十二烷基苯磺酸钠。
- 溶剂:三氯甲烷。
- 涂渍度:固定液/载体=5/100。

5.3.3.2 固定液的涂渍

称取十二烷基苯磺酸钠 0.25 g 于 250 mL 烧杯中,加入 18 mL 三氯甲烷,待全溶后,徐徐倾入 5.0 g 载体,使其完全浸润(大约 10 min)。将烧杯置于通风橱内,在红外灯下,使溶剂缓慢挥发至干(应经常拍打烧杯,使之涂渍均匀)。然后移至 90~100℃烘箱中干燥约 30 min,取出备用。

5.3.3.3 固定相的填充

将色谱柱接检测器一端塞上玻璃棉,包上纱布,接真空泵,另一端接一漏斗,在真空下徐徐倾入干燥好的固定相,轻敲色谱柱,使填充均匀紧密,装满后,继续轻敲 5~10 min,将填充好的色谱柱塞上玻璃棉,备老化。

5.3.3.4 色谱柱的老化

将填充好的色谱柱装入色谱仪的柱箱中,柱后不接检测器,在流量为 5~10 mL/min 下通氮气,在 200℃下老化 8~10 h。

5.3.4 色谱条件

- a) 柱温:186℃。
- b) 汽化温度:260℃。
- c) 检测温度:220℃。
- d) 载气流量(N₂):35 mL/min。
- e) 氢气流量(H₂):45 mL/min。
- f) 氧气流量(O₂):500 mL/min。
- g) 纸速:2 mm/min。
- h) 进样量:0.8 μL。
- i) 定量方法:校正峰面积归一法。
- j) 分辨率:≥1.0。

可根据不同仪器,选择最佳操作条件。

5.3.5 标准混合溶液的配制及相对校正因子的测定

5.3.5.1 试剂和材料

- a) 1-萘酚:含量≥99.5%。
- b) 1-萘胺:含量≥99.5%。
- c) 2-萘酚:含量≥99.5%。
- d) 三氯甲烷。

5.3.5.2 单一校准溶液的配制

A液:称取2-萘酚约1g(精确至0.001g)于50mL容量瓶中,用三氯甲烷溶解、稀释至刻度。

B液:称取1-萘胺约0.1g(精确至0.0002g)于50mL容量瓶中,用三氯甲烷溶解、稀释至刻度。

C液:称取1-萘酚约3g(精确至0.001g)于50mL容量瓶中,用三氯甲烷溶解、稀释至刻度。

5.3.5.3 标准混合溶液的配制

将上述溶液分别按表2要求移取到六个已编号的10mL棕色容量瓶中,然后用三氯甲烷稀释到刻度。制得1号、2号、3号……6号标准混合溶液。

表2 标准混合溶液的配制

序号	1	2	3	4	5	6
A液(2-萘酚)	0.2	0.6	1.0	1.4	1.8	2.2
B液(1-萘胺)	0.05	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
C液(1-萘酚)	8.3	8.1	7.9	7.7	7.5	7.3

5.3.5.4 相对校正因子的测定与计算

在选定的色谱条件下,分别进标准混合溶液0.8μL,待各组分出峰完毕后,按式(1)分别计算出各组分的相对校正因子。

$$f_i = \frac{A_s W_i}{A_i W_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中: f_i ——组分*i*的相对校正因子;

A_s ——1-萘酚的峰面积,mm²;

A_i ——组分*i*的峰面积,mm²;

W_s ——1-萘酚的质量,g;

W_i ——组分*i*的质量,g。

5.3.6 分析步骤

称取1-萘酚样品0.5g(精确至0.001g)于10mL容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度混匀各

用,待仪器各项操作条件稳定后,吸取 0.8 μL 试样溶液,注入气相色谱仪汽化室,待各组分出峰完毕后(见图 1),按式(2)计算各组分的质量分数。(在 1-萘酚前出的峰,相对校正因子按 1-萘胺计算,在 1-萘酚后出的峰,相对校正因子按 2-萘酚计算)。

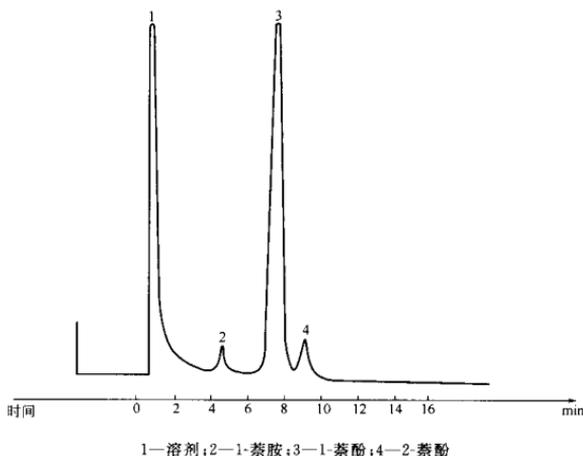


图 1 1-萘酚气相色谱图

5.3.7 分析结果的表述

以质量分数(%)表示的 1-萘酚、1-萘胺、2-萘酚的含量(w_i)按式(2)计算:

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

式中: w_i ——组分 i 的质量分数, %;

f_i ——组分 i 的相对校正因子;

A_i ——组分 i 的峰面积, mm^2 。

5.3.8 允许差

1-萘酚含量两次平行测定结果之差不大于 0.2%, 优等品中各有机杂质含量两次平行测定结果之差不大于 0.05%, 合格品中各有机杂质含量两次平行测定结果之差不大于 0.1%。取其算术平均值作为测定结果。

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

1-萘酚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 1-萘酚都符合本标准要求。

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

1-萘酚的每个包装上都应涂上牢固、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编制袋内的塑料袋外面。

7.2 包装

1-萘酚用内衬黑塑料袋的麻袋或编制袋包装,每袋净含量 50 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时应防止日晒和雨淋,小心轻放,切勿损坏包装。

7.4 贮存

1-萘酚应贮存于阴凉,干燥通风处,防止受潮受热。
