



中华人民共和国国家标准

GB/T 23671—2023

代替 GB/T 23671—2009

2-羟基-6-萘甲酸

2-Hydroxy-6-naphthoic acid

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 23671—2009《2-羟基-6-萘甲酸》，与 GB/T 23671—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了术语和定义(见第 3 章)；
- 更改了 2-羟基-6-萘甲酸的质量要求(见第 4 章, 2009 年版的第 3 章)；
- 更改了采样量(见第 5 章, 2009 年版的第 4 章)；
- 更改了外观评定方法(见 6.2, 2009 年版的 5.2)；
- 增加了熔点测定的仪器法(见 6.3.2)；
- 更改了色谱分析条件(见 6.4.4.5, 2009 年版的 5.4.4)；
- 更改了灰分的测定的称样量(见 6.5, 2009 年版的 5.5)；
- 更改了碱不溶物含量测定的称样量(见 6.7, 2009 年版的 5.7)；
- 增加了金属铁、钾、钠含量和钙镁总含量的测定方法(见 6.8)；
- 更改了标志内容(见 8.1, 2009 年版的 7.1.1)。

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本文件起草单位：宿迁思睿屹新材料有限公司、衢州英特高分子材料有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、厦门凯越特科技有限公司、沈阳中化新材料科技有限公司、金华橙拓家居用品有限公司。

本文件主要起草人：刘雷、章丽、胡彦冰、柯友斌、冯永胜、谭运超、赵志敏、徐傲峰、袁鹏、杨杰民、向清龙。

本文件于 2009 年首次发布，本次为第一次修订。

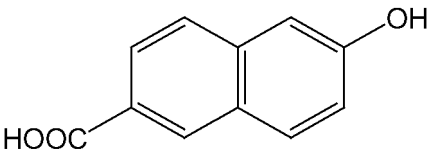
2-羟基-6-萘甲酸

1 范围

本文件规定了 2-羟基-6-萘甲酸的要求、采样、试验方法、检验规则,以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于 2-羟基-6-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 2021 年国际相对原子质量)

CAS 编号:16712-64-4

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 2381—2013 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定
- GB/T 2384—2021 染料中间体 熔点范围测定通用方法
- GB/T 2386—2014 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
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 15337—2008 原子吸收光谱分析法通则
- GB 20814—2014 染料产品中重金属元素的限量及测定
- GB/T 21876 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

自然北昼光 nature north sky light

从日出 3 h 以后到日落 3 h 以前的北空散射光。

4 要求

2-羟基-6-萘甲酸的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2-羟基-6-萘甲酸的质量要求

序号	项目	指标		试验方法章条号
		优等品	合格品	
1	外观	白色至淡黄色粉末	淡黄色至浅棕色粉末或块状	6.2
2	干品初熔点/℃	≥245.0	≥240.0	6.3
3	2-羟基-6-萘甲酸纯度/%	≥99.60	≥99.00	6.4
4	1-羟基-2-萘甲酸含量/%	≤0.10	≤0.30	6.4
5	2-羟基-3-萘甲酸含量/%	≤0.06	≤0.20	6.4
6	2-萘酚含量/%	≤0.10	≤0.15	6.4
7	2-萘磺酸含量/%	≤0.002	≤0.01	6.4
8	灰分(质量分数)/%	≤0.02	≤0.10	6.5
9	水分(质量分数)/%	≤0.10	≤0.10	6.6
10	碱不溶物含量(质量分数)/%	≤0.005	≤0.10	6.7
11	铁(Fe)含量/(mg/kg)	≤10.0	≤50.0	6.8
12	钾(K)含量/(mg/kg)	≤10.0	≤50.0	6.8
13	钠(Na)含量/(mg/kg)	≤10.0	≤50.0	6.8
14	钙镁总含量(Ca+Mg)/(mg/kg)	≤10.0	≤50.0	6.8

5 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,所采样品的包装应完好,采样时不应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,所采样品总量不应少于 200 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、避光、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、采样日期、地点。一个供检验,一个保存备查。

6 试验方法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。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。

6.1 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。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。

6.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 干品初熔点的测定

6.3.1 毛细管液浴法(仲裁法)

试样研磨成细粉后于 100 °C 烘箱中干燥 1 h,其他按 GB/T 2384—2021 中 4.1 的规定进行。

6.3.2 毛细管熔点仪法

试样研磨成细粉后于 100 °C 烘箱中干燥 1 h,其他按 GB/T 2384—2021 中 4.2 的规定进行。

6.4 2-羟基-6-萘甲酸纯度及其有机杂质含量的测定

6.4.1 方法提要

采用高效反相液相色谱法,在十八烷基键合柱上,以甲醇和四甲基溴化铵水溶液的混合溶液为流动相,分离 2-羟基-6-萘甲酸及其各有机杂质,经紫外检测器检测,用峰面积归一化法定量。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 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。

6.4.2.2 色谱柱:长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} ,粒径为 5 μm 。

6.4.2.3 色谱工作站或积分仪。

6.4.2.4 微量注射器或自动进样器。

6.4.2.5 分析天平:精度为 0.1 mg。

6.4.2.6 超声波发生器。

6.4.3 试剂和材料

6.4.3.1 甲醇:色谱纯。

6.4.3.2 四甲基溴化铵。

6.4.3.3 冰乙酸。

6.4.3.4 四甲基溴化铵水溶液($\text{pH}=4.0$):2.0 g/L 四甲基溴化铵水溶液,用乙酸调 $\text{pH}=4.0$ 。

6.4.3.5 水:经微孔过滤膜(6.4.3.6)过滤。

6.4.3.6 微孔过滤膜(水相):孔径为 0.45 μm 。

6.4.3.7 针式过滤器:孔径为 0.45 μm 。

6.4.4 色谱分析条件

6.4.4.1 流动相:甲醇与四甲基溴化铵水溶液($\text{pH}=4.0$)的体积比为 58 : 42。

6.4.4.2 检测波长:230 nm。

6.4.4.3 流量:0.8 mL/min。

6.4.4.4 进样量:5 μL 。

6.4.4.5 柱温:35 °C。

6.4.5 试样溶液配制

称取试样 10 mg~15 mg(精确至 0.1 mg)于 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中振荡、脱气、充分溶解,冷却至室温,为试样溶液。

6.4.6 测定

可根据不同仪器设备,选择最佳分析条件,流动相摇匀后应用超声波发生器进行脱气。开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器或自动进样器吸取试样溶液进样,待最后一个组分流出完毕(见图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.4.7 结果计算

2-羟基-6-萘甲酸纯度及其有机杂质含量以 w_i 计,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_i —— 2-羟基-6-萘甲酸及有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ —— 2-羟基-6-萘甲酸及有机杂质的峰面积数值的总和。

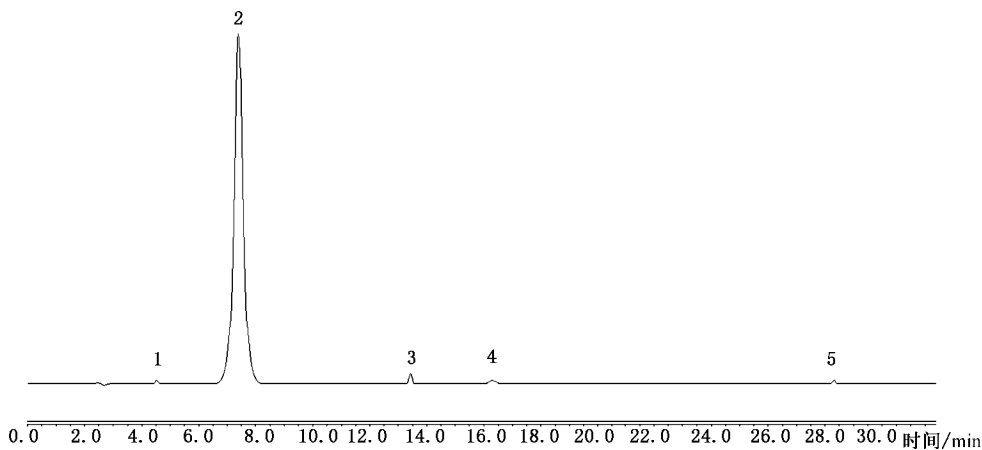
计算结果保留到小数点后两位。如结果小于 0.01%,则保留一位有效数字。

6.4.8 允许差

2-羟基-6-萘甲酸纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.20%,有机杂质含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于其平均值的 20%,取其算术平均值作为测定结果。

6.4.9 色谱图

2-羟基-6-萘甲酸液相色谱示意图见图 1。



标引序号说明:

1——2-萘磺酸;

2——2-羟基-6-萘甲酸;

3——2-羟基-3-萘甲酸;

4——2-萘酚;

5——1-羟基-2-萘甲酸。

图 1 2-羟基-6-萘甲酸液相色谱示意图

6.5 灰分的测定

称取试样质量约 5.0 g,灼烧温度为 $(750\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 。其他按照 GB/T 21876 的规定进行。

6.6 水分的测定

称取试样质量约 2.0 g,试样溶剂采用甲醇,其他按照 GB/T 2386—2014 中 3.4 的规定进行测定。

6.7 碱不溶物含量的测定

称取试样质量约 20 g,加入 300 mL 碳酸氢钠水溶液(100 g/L),用 G 4 过滤器过滤,加热至完全溶解。其他按照 GB/T 2381—2013 有关中间体的规定进行测定。

6.8 铁、钾、钠含量和钙镁总含量的测定

试样溶液的配制按照 GB 20814—2014 中 4.5.2 规定进行,按照 GB/T 15337—2008 中第 7 章的规定进行测定。

7 检验规则

7.1 出厂检验

表 1 所列的所有检验项目为出厂检验项目。产品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-6-萘甲酸均符合本文件的要求。

7.2 复检

检验结果中有一项指标不符合本文件的要求,应重新自两倍量的包装中取样进行复检。复检结果有一项指标不符合本文件要求,则整批产品判定为不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品的每个包装容器上都应涂印或粘贴耐久、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) 净含量。

8.2 标签

产品应有标签,标签上应注明产品生产日期、合格证明、本文件编号、批号和等级。

8.3 包装

产品用内衬塑料袋的编织袋、铁桶或木桶包装,每件净含量 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$ 或 $40\text{ kg}\pm 0.4\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。

8.4 运输

产品在运输过程中应防止暴晒、碰撞和雨淋。

8.5 贮存

产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。
