

中华人民共和国国家标准

GB/T 1652—2014
代替 GB/T 1652—2006

色酚 AS

Naphthol AS

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 1652—2006《色酚 AS》，与 GB/T 1652—2006 相比，主要技术变化如下：

- 增加了警告(见标准开始)；
- 增加了 CAS RN:92-77-3(见第 1 章)；
- 删除了在棉纤维上与大红色基 G 重氮液耦合后的染色色光的指标和测定方法(2006 年版的第 3 章、5.7)；
- 删除了在棉纤维上与大红色基 G 重氮液耦合后的染色强度的指标和测定方法(2006 年版的第 3 章、5.7)；
- 修改了所有检验项目为出厂检验项目(见 6.1；2006 年版的 6.1)。

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/TC 134)归口。

本标准起草单位：杭州下沙恒升化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：阎龙、韩晓琴、李信、朴克壮、周雨颂。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 1652—1979、GB 1652—1994、GB/T 1652—2006。

色酚 AS

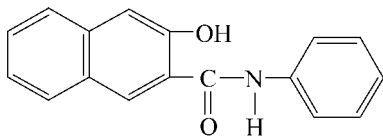
警告：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了色酚 AS 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。
本标准适用于色酚 AS 产品的质量控制。



结构式：



分子式： $C_{17}H_{13}O_2N$
相对分子质量：263.29(按 2009 年国际相对原子质量)
CAS RN：92-77-3

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 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 2384 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
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

色酚 AS 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 色酚 AS 的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	优等品	合格品	
外观	白色至米黄色或微红色均匀粉末		5.2
干品初熔点/℃	≥ 247.2	246.0	5.3

表 1(续)

项 目	指 标		试验方法
	优等品	合格品	
色酚 AS 的质量分数/%	≥ 98.20	97.50	5.4
2-羟基-3-萘甲酸含量/%	≤ 0.10	0.50	5.4
碱不溶物的质量分数/%	≤ 0.10	0.40	5.5
溶解性能	符合检验		5.6

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。所采样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,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。试验中所用的标准滴定溶液和试剂,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 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384 的规定进行测定。将样品充分研细,于 110 ℃干燥 2 h。

5.4 色酚 AS 质量分数的测定

5.4.1 化学法测定色酚 AS 质量分数

5.4.1.1 方法提要

色酚 AS 是弱酸性化合物,在乙醇存在下,用过量的碱将其溶解,用盐酸标准溶液分别滴定总碱量及游离碱量,即可测出色酚 AS 的质量分数。

5.4.1.2 试剂和溶液

试剂和溶液为:

- a) 无水乙醇;
- b) 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$;

- c) 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$;
- d) 氢氧化钠溶液: 110 g/L ;
- e) 1-萘酚酞乙醇溶液: 0.1 g 1-萘酚酞溶于 50 mL 乙醇中, 用水稀释至 100 mL ;
- f) 酚酞乙醇溶液: 0.1 g 酚酞溶于 60 mL 乙醇中, 用水稀释至 100 mL 。

5.4.1.3 测定步骤

5.4.1.3.1 样品溶液的制备

称取色酚 AS 试样约 7 g (准确至 $0.000 1 \text{ g}$), 置于 100 mL 碘量瓶中。准确量取 100 mL 无水乙醇 (准确至 0.1 mL), 先加入 40 mL 无水乙醇于碘量瓶中, 摇动, 使色酚 AS 充分润湿。然后加入约 15 mL 氢氧化钠溶液, 盖上磨口塞, 摇动或用电池搅拌器搅拌, 使色酚 AS 完全溶解 (个别不溶颗粒, 可用玻璃棒捣碎)。将溶液移入 250 mL 容量瓶中, 用剩余的 60 mL 无水乙醇分数次洗涤碘量瓶, 然后用水洗, 洗液均移入 250 mL 容量瓶中, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

5.4.1.3.2 总碱量的测定

准确吸取样品溶液 25.00 mL 注入 250 mL 锥形瓶中, 加入 1-萘酚酞指示液 1 mL , 用盐酸标准滴定溶液滴定至绿色完全消失为终点, 准确读取消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值 V_1 。

总碱空白试验: 在另一只 250 mL 锥形瓶中, 加入 10 mL 无水乙醇, 15 mL 水及 1-萘酚酞指示液 1 mL , 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液刚呈绿色, 准确读取消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值 V_3 。

5.4.1.3.3 游离碱的测定

先按计算色酚 AS 含量的式(1)求出滴定游离碱所用的盐酸标准滴定溶液体积 V_2 的近似值 (在式(1)中, 色酚 AS 含量 w_1 按 97.5% 计算, 将 V_1 、 V_3 、 V_4 代入计算公式中, 即可算出 V_2 的近似值)。准确吸取 25.00 mL (V_5) 样品溶液, 注入 250 mL (V_6) 锥形瓶中, 加入 38 mL 无水乙醇 (准确至 0.1 mL) 及 $(37 - V_2) \text{ mL}$ 的水 (准确至 0.1 mL), 然后用盐酸标准滴定溶液滴定, 在滴定终点前 1 mL 左右时, 调整溶液温度至 25°C , 继续滴定至溶液刚出现浑浊为终点, 此时溶液总体积为 100 mL (指体积加和值, 不考虑醇水互溶时体积变化), 乙醇的体积分数为 48% , 准确读取消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值 V_2 。

游离碱空白试验: 在另一只 250 mL 锥形瓶中, 加入 48 mL 乙醇及 52 mL 水, 加入 2 滴酚酞指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液刚出现粉红色, 准确读取消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值 V_4 。

5.4.1.3.4 结果计算

色酚 AS 含量以质量分数 w_1 计, 数值用 $\%$ 表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c[(V_1 + V_3) - (V_2 + V_4)]M}{m_1 \times V_5/V_6 \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c —— 盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- V_1 —— 滴定总碱量时所消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- V_2 —— 滴定游离碱时所消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- V_3 —— 滴定总碱空白时所耗氢氧化钠标准溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- V_4 —— 滴定游离碱空白时所耗氢氧化钠标准溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- M —— 色酚 AS 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol), ($M = 263.29$);

m_1 ——试样的质量数值,单位为克(g);

V_5 ——吸取 25.00 mL 样品溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

V_6 ——250 mL 容量瓶体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。

5.4.1.3.5 允许差

色酚 AS 含量平行测定结果之差不大于 0.30% (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4.2 液相色谱法测定色酚 AS 质量分数及 2-羟基-3-萘甲酸含量(仲裁方法)

5.4.2.1 方法提要

采用高效液相色谱法,在 C_{18} 色谱柱上,以含磷酸二氢钾的甲醇、水为流动相,分离色酚 AS 及各有机杂质组分,经紫外分光检测器检测,用峰面积外标法测定色酚 AS 质量分数,用峰面积归一化法测定 2-羟基-3-萘甲酸的含量。

5.4.2.2 仪器设备

仪器设备包括:

- 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;
- 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} 3.5 μm 或 C_{18} 5.0 μm ;
- 色谱工作站或积分仪;
- 进样器:微量进样器或自动进样器;
- 超声波发生器;
- 分析天平:精度 0.01 mg。

5.4.2.3 试剂和溶液

试剂和溶液:

- 甲醇:色谱纯;
- 色酚 AS 标准品;
- 磷酸二氢钾水溶液:1.0 g/L(用磷酸调 pH=3.5~4.0);
- 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.4.2.4 色谱分析条件

色谱分析条件:

- 流动相:甲醇与磷酸二氢钾水溶液的体积比为 70 : 30;
- 波长:240 nm;
- 流量:0.8 mL/min;
- 进样量:10 μL 。

可根据装置不同,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。



5.4.2.5 溶液的制备

分别称取 25 mg(准确至 0.01 mg)色酚 AS 标准品和色酚 AS 试样于 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶解,可于超声波发生器中震荡助溶,稀释至刻度,摇匀备用,为标样溶液和试样溶液。

5.4.2.6 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量进样器或自动进样器分别吸取上述标样溶液和试样溶液 10 μL 依次注入进样阀,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。

在保证分离度、灵敏度和线性响应的前提下,进样量可以作适当调整。

5.4.2.7 结果计算

色酚 AS 含量以质量分数 w_2 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A m_s w_s}{A_s m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——色酚 AS 试样的峰面积数值;

m_s ——色酚 AS 标样的质量数值,单位为克(g);

w_s ——色酚 AS 标样的质量分数,%;

A_s ——色酚 AS 标样的峰面积数值;

m_2 ——色酚 AS 试样的质量数值,单位为克(g)。

2-羟基-3-萘甲酸含量以 w_3 计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_1 ——2-羟基-3-萘甲酸的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值之和。

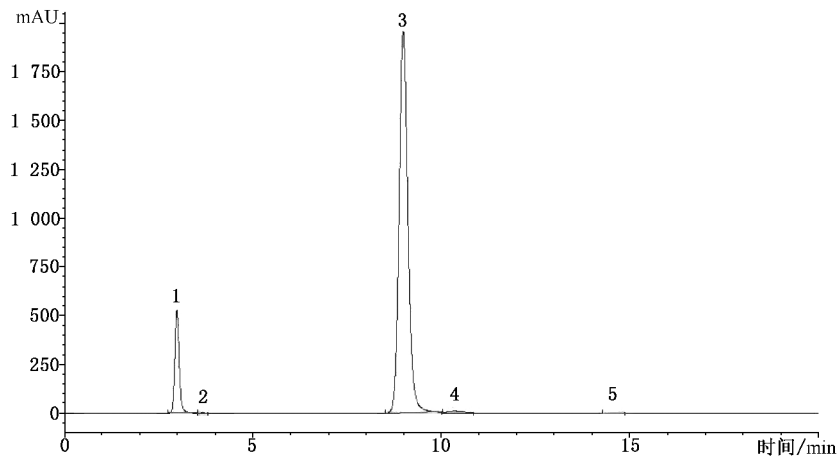
计算结果保留到小数点后两位。

5.4.2.8 允许差

色酚 AS 含量平行测定结果之差应不大于 0.50%(质量分数),2-羟基-3-萘甲酸含量平行测定结果之差应不大于 0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

5.4.2.9 色谱图

色谱图见图 1。



说明：
1——2-羟基-3-萘甲酸；
2——未知物；
3——色酚 AS；
4——未知物；
5——未知物。

图 1 色酚 AS 液相色谱示意图

5.5 碱不溶物质量分数的测定

5.5.1 试剂和溶液

- 试剂和溶液应满足以下要求：
- a) 氢氧化钠溶液：244 g/L；
 - b) 酚酞乙醇溶液：1 g 酚酞溶于 60 mL 乙醇中，用水稀释至 100 mL。

5.5.2 测定步骤

称取约 3 g 试样(准确至 0.000 1 g)，置于 600 mL 烧杯中，加入 35 mL 氢氧化钠溶液，搅拌均匀呈稀浆状，加入 400 mL 沸水，加热至沸，保持 5 min。沸腾溶液用已恒量的 G₃ 坩埚式过滤器过滤，残渣用 80 ℃～90 ℃的水洗涤至酚酞溶液滴入洗涤水中不显色为止，于 100 ℃～105 ℃烘至恒量。

碱不溶物含量以质量分数 w_4 计，数值用 % 表示，按式(4)计算：

$$w_4 = \frac{m_4}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：
 m_3 ——试样的质量数值，单位为克(g)；
 m_4 ——残渣的质量数值，单位为克(g)。
计算结果保留到小数点后两位。

5.5.3 允许差

碱不溶物平行测定结果之差应不大于 0.02 % (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 溶解性能的测定

5.6.1 试剂和溶液

氢氧化钠溶液:44 g/L。

5.6.2 测定步骤

在 50 mL 烧杯中,加入 24 mL 氢氧化钠溶液,再加入 2 g 色酚 AS 试样,搅拌加热至沸,观察其溶解状态,色酚 AS 应完全溶解,溶液透明,无悬浮物或油状物。

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

色酚 AS 产品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色酚 AS 均符合本标准的要求。

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、运输和贮存

7.1 标志

色酚 AS 产品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;
- d) 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

色酚 AS 产品用内衬塑料袋的麻袋、编织袋或铁桶包装,每袋(桶)净含量 25 kg $\pm$ 0.25 kg 或 50 kg $\pm$ 0.5 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

运输时不接近火源,搬运时应小心轻放,避免重压,以免包装损坏。

7.5 贮存

本品应贮存在清洁、干燥、通风的库房内,不得接近火源,防止受潮受热。
