



中华人民共和国国家标准

GB/T 23666—2009

1-萘酚-5-磺酸(L 酸)

1-Naphthol-5-sulfonic acid(L acid)

2009-04-24 发布

2009-12-01 实施

数码防伪

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

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/TC 134)归口。

本标准起草单位:沈阳化工研究院、上海立诚化工有限公司。

本标准主要起草人:蒲爱军、陈援朝、罗晓群。

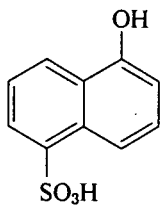
1-萘酚-5-磺酸(L 酸)

1 范围

本标准规定了 1-萘酚-5-磺酸(L 酸)产品的要求、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 1-萘酚-5-磺酸的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_{10}H_8O_4S$

相对分子质量：224.23(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN:117-59-5

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,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

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(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

1-萘酚-5-磺酸的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 1-萘酚-5-磺酸的质量要求

项 目	指 标	
	干 品	潮 品
外观	灰白色粉末	
1-萘酚-5-磺酸的质量分数(偶合值)/%	≥ 80.00	≥ 60.00
1-萘酚-5-磺酸的纯度(HPLC)/%	≥ 99.00	≥ 98.50
水不溶物的质量分数/%	≤	0.10

4 采样

潮品从每批产品的100%桶中取样。干品按GB/T 6678—2003中7.6规定的单元数采样。采样时用不锈钢采样器采取包括上、中、下三部分样品,所取样品总量潮品不得少于1 000 g,干品不得少于500 g。将采取的样品仔细混合均匀后,分装于两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中。瓶上粘贴标签,注明:产品名称、批号、生产厂名称和采样日期。一瓶供检验,一瓶保存备查。

5 试验方法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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。

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 1-萘酚-5-磺酸(偶合值)的测定

5.3.1 方法提要

在弱碱性介质中,1-萘酚-5-磺酸与已知浓度的对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液进行定量的偶合反应。

5.3.2 试剂和溶液

- a) 盐酸;
- b) 氯化钠;
- c) 对甲苯胺;
- d) 碳酸钠溶液:100 g/L;
- e) 溴化钾溶液:100 g/L;
- f) 淀粉-碘化钾试纸;
- g) 快速定性滤纸;
- h) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.5 \text{ mol/L}$;
- i) 对甲苯胺盐酸盐标准溶液: $c(\text{C}_7\text{H}_9\text{NCl})=0.5 \text{ mol/L}$;
- j) 对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液: $c(\text{C}_7\text{H}_7\text{N}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.3 对甲苯胺盐酸盐标准溶液的配制及标定

5.3.3.1 配制

称取约53.6 g(精确至0.000 1 g)对甲苯胺于烧杯中,加少量水混合,加150 mL盐酸,不断搅拌,再加水至全溶,过滤,稀释至1 L棕色容量瓶中,混匀,置于暗处。

5.3.3.2 标定

准确吸取25 mL经配制对甲苯胺盐酸盐标准溶液于400 mL烧杯中,加200 mL水,10 mL盐酸及10 mL溴化钾溶液,冷却至 $10^\circ\text{C}\sim 15^\circ\text{C}$,在搅拌下用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时将滴定管尖端插入液面下,近终点时,将滴定管提出液面,再逐滴加入,以淀粉-碘化钾试纸检验终点。用玻璃棒蘸取一滴被滴定溶液,在淀粉-碘化钾试纸上呈微蓝色,并保持5 min后用同样方法检验,仍呈微蓝色,即为终点。同时做空白试验。

5.3.3.3 结果计算

对甲苯胺盐酸盐标准溶液的浓度以 c_1 计,数值用(mol/L)表示,按式(1)计算:

$$c_1 = \frac{c(V_1 - V_2)}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——吸取对甲苯胺盐酸盐标准溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。

5.3.4 对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液的配制

准确吸取 50 mL 上述对甲苯胺盐酸盐标准溶液,置于 250 mL 棕色容量瓶中,冷却至 0℃~5℃,用滴定管一次加入计算量的亚硝酸钠标准滴定溶液,保持温度 0℃~5℃,该溶液用淀粉-碘化钾试纸试验应呈微蓝色,保持 5 min 以后用同样的方法检验,仍呈微蓝色,再加入 0.5 mL 亚硝酸钠标准滴定溶液,然后加冰水稀释至刻度,并置于暗处的冰浴中保持 15 min 后备用。该标准滴定溶液应现用现配,有效时间 6 h。

对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液的浓度以 c_2 计,数值用(mol/L)表示,按式(2)计算:

$$c_2 = \frac{c_1 V_3}{V_4} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_1 ——对甲苯胺盐酸盐标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——对甲苯胺盐酸盐标准溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——250 mL 棕色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。

5.3.5 测定步骤

称取 1-萘酚-5-磺酸干品约 2.5 g~3.0 g,潮品约 3.0 g~3.5 g(精确至 0.000 1 g)于 250 mL 的烧杯中,加入少量水,再加 50 mL 碳酸钠溶液,搅拌至全溶,转移到 250 mL 容量瓶中,用水按少量多次的洗涤方式将烧杯内壁上的试样溶液完全洗入容量瓶中,再加水定容。准确吸取 25 mL 该试样溶液于 400 mL 烧杯中,加水至总体积为 300 mL,冷却至 0℃~5℃,在充分搅拌下用冷却夹套滴定管一次性加入约 98%用量的对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液,加入 10 g 氯化钠进行盐析,继续滴定至以稀重氮盐溶液(原重氮盐溶液稀释 10 倍)与被测液在快速定性滤纸上接触处不产生浅桔红色为终点。

5.3.6 结果计算

1-萘酚-5-磺酸(偶合值)以质量分数 w_1 计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{(V_7/1\ 000)c_2M}{m_1 \times (V_5/V_6)} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_5 ——吸取的 25 mL 试样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);

V_7 ——对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——对甲苯胺重氮盐标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——试样的质量数值,单位为克(g);

M ——1-萘酚-5-磺酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=224.23$)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.5%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 1-萘酚-5-磺酸的纯度测定(HPLC)

5.4.1 原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇与四甲基溴化铵水溶液的体积比为 30 : 70 为流动相,分离 1-萘酚-5-磺酸及其有机杂质,经紫外(230 nm)检测,用峰面积归一化法测定 1-萘酚-5-磺酸的纯度。

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紫外分光检测器;
- b) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 ODS C_{18} ,粒径 5 μm ;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 超声波发生器;
- e) 微量注射器:平头,25 μL 。

5.4.3 试剂和溶液

- a) 水:经 0.45 μm 水膜过滤;
- b) 甲醇:色谱纯;
- c) 四甲基溴化铵水溶液:1.5 g/L。

5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相:甲醇与四甲基溴化铵水溶液的体积比为 30 : 70;
- b) 波长:230 nm;
- c) 流量:1.0 mL/min;
- d) 柱温:室温;
- e) 进样量:5 μL 。

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 分析步骤

称取试样约 0.02 g(精确至 0.000 1 g)于 25 mL 容量瓶中,加水溶解并定容,置于超声波发生器充分溶解,取出摇匀备用。

待仪器运行稳定后,用微量注射器吸取试样溶液注入进样阀,待最后一个组分流完(见色谱图 1),进行结果处理。

5.4.6 结果计算

1-萘酚-5-磺酸的纯度以 w_2 计,数值用%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A ——1-萘酚-5-磺酸的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和。

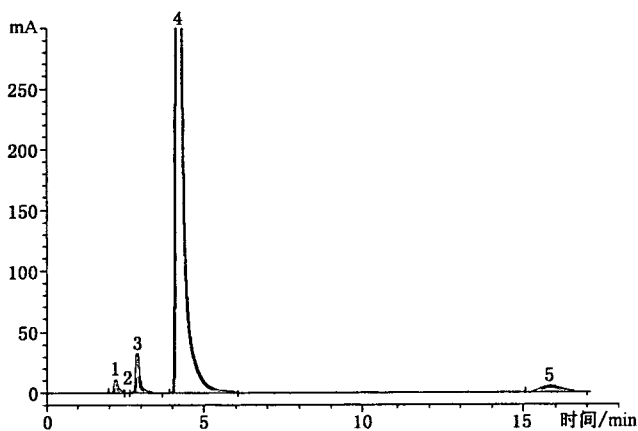
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.7 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

5.4.8 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——溶剂；
- 2——未知物；
- 3——1-萘胺-5-磺酸；
- 4——1-萘酚-5-磺酸；
- 5——1,5-萘二酚。

图 1 1-萘酚-5-磺酸示意图

5.5 水不溶物的测定

称取约 2 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,搅拌至全溶,过滤,水洗使滤液不呈酸性为止。在 100 ℃~105 ℃条件下干燥 2 h。其他按 GB/T 2381—2006 中有关中间体的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中规定的全部项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

1-萘酚-5-磺酸应经生产厂质检部门检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 1-萘酚-5-磺酸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、运输和贮存

7.1 标志、标签

7.1.1 标志

1-萘酚-5-磺酸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) 生产许可证编号(如适用)；
- e) 净含量；
- f) 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、批号和规格。

7.2 包装

1-萘酚-5-磺酸用内衬塑料袋的塑料编织袋或内衬塑料袋的铁桶或塑料桶包装,每袋(桶)净含量 $25\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$ 或 $50\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输中应防止曝晒、潮湿和雨淋,不得强力挤压和碰撞。

7.4 贮存

1-萘酚-5-磺酸应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内,防止受潮受热,远离火源。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
1-萘酚-5-磺酸(L 酸)
GB/T 23666—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

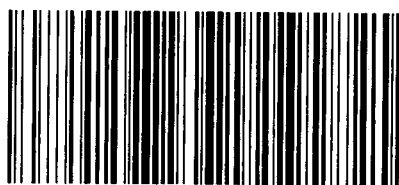
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38162 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 23666-2009

打印日期: 2009年8月13日