

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T2745—XXXX

代替HG/T 2745-2012

2-羟基-3-萘甲酸

2-Hydroxy-3-naphthoic acid

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

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HG/T 2745-2012《2-羟基-3-萘甲酸》，与HG/T 2745-2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了规范性引用文件（见第2章，2012年版的第2章）；
- 增加了术语和定义（见第3章）；
- 更改了“2-羟基-3-萘甲酸的质量分数”项目指标名称（见第4章，2012版的第3章）；
- 更改了2-羟基-3-萘甲酸的质量要求（见第4章，2012版的第3章）；
- 更改了采样量（见第5章，2012版的第4章）；
- 更改了外观的评定方法（见6.2，2012版的5.2）；
- 增加了初熔点测定的毛细管熔点仪试验方法（见6.3.2）；
- 更改了水分测定中的溶剂（见6.7，2012版的5.7）；
- 更改了标志内容（见8.1，2012年版的7.1）。

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：内蒙古美力坚科技化工有限公司、山东世纪阳光科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、厦门尹巢科技有限公司、国家染料质量检验检测中心。

本文件主要起草人：赵志敏、付晓梅、张宏强、刘璞哲、陈晖、杨杰民、林鹏翔。

本文件及其所替代文件的历次版本发布情况为：

- HG/T 2745-1996；
- HG/T 2745-2006；
- HG/T 2745-2012；
- 本次为第三次修订。

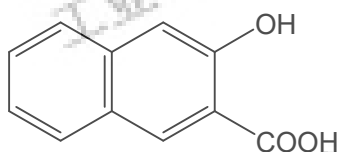
2-羟基-3-萘甲酸

1 范围

本文件规定了2-羟基-3-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-3-萘甲酸产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₁₁H₈O₃

相对分子质量：188.18（按2019年国际相对原子质量）

CAS No.：92-70-6

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 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 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 (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
- GB/T 21876 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

2-羟基-3-萘甲酸的质量要求应符合表1的规定。

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200g。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、采样日期、地点。一个供检验，一个保存备查。

表 1 2-羟基-3-萘甲酸的质量要求

序号	项目	指标		试验方法
		优等品	合格品	
1	外观	浅黄色均匀粉末		6.2
2	干品初熔点/℃	≥218.0	≥217.0	6.3
3	总酸度（以2-羟基-3-萘甲酸计）的质量分数/%	≥98.50	≥98.00	6.4
4	2-羟基-3-萘甲酸的纯度/%	≥99.00	≥98.50	6.5
5	2-萘酚的含量/%	≤0.50	≤0.80	6.5
6	2-羟基-6-萘甲酸（2,6-酸）的含量/%	≤0.30	≤0.40	6.5
7	碱不溶物的质量分数/%	≤0.10	≤0.20	6.6
8	水分的质量分数/%	≤0.20	≤0.30	6.7
9	灰分的质量分数/%	≤0.20	≤0.50	6.8

6 试验方法

警告——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。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。

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105℃条件下干燥1h，其他按照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105℃条件下干燥1h，其他按照GB/T 2384-2021中4.2的规定进行。

6.4 总酸度（以2-羟基-3-萘甲酸计）的质量分数测定

6.4.1 测定原理

在乙醇介质中，利用非水酸碱滴定的原理，测定总酸度（以2-羟基-3-萘甲酸计）的质量分数。

6.4.2 试剂和溶液

6.4.2.1 乙醇：95%（体积分数）。

6.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH)=0.1mol/L。

6.4.2.3 1-萘酚酞指示液：1g/L。

6.4.3 测定

准确称取试样约0.6 g（精确至0.0001g），于250 mL锥形瓶中，加50 mL乙醇溶解，加1 mL 1-萘酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至呈现浅黄绿色即为终点。

在相同条件下做空白试验。

6.4.4 结果计算

总酸度（以2-羟基-3-萘甲酸计）的质量分数以 w_1 计，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c[(V-V_0)/1000]M}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c —氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V —试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 —空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

M —2-羟基-3-萘甲酸的摩尔质量数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(C_{11}H_8O_3)=188.18$]；

m —试样的质量数值，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后两位。

总酸度（以2-羟基-3-萘甲酸计）的质量分数两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.50%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

6.5 2-羟基-3-萘甲酸纯度及其有机杂质含量的测定

6.5.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法，在十八烷基键合柱上，以甲醇和磷酸二氢铵水溶液的混合溶液为流动相，分离2-羟基-3-萘甲酸及其有机杂质，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法定量。

6.5.2 仪器设备

6.5.2.1 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±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。

6.5.2.2 色谱柱：长为 150 mm，内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C18，粒径为 5 μm。

6.5.2.3 色谱工作站或积分仪。

6.5.2.4 微量注射器或自动进样器。

6.5.2.5 分析天平：精度为 0.1 mg。

6.5.2.6 微孔过滤膜（水相），孔径为 0.45 μm。

6.5.2.7 针式过滤器，孔径为 0.45 μm。

6.5.2.8 超声波发生器。

6.5.3 试剂和溶液

6.5.3.1 甲醇：色谱纯。

6.5.3.2 磷酸二氢铵。

6.5.3.3 缓冲盐水溶液：9.2 g/L 磷酸二氢铵水溶液。

6.5.3.4 水：经微孔过滤膜（水相）过滤。

6.5.3.5 甲醇水溶液：甲醇与水的体积比=1:1。

6.5.4 色谱分析条件

6.5.4.1 流动相：甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=45：55。

6.5.4.2 检测波长：230nm。

6.5.4.3 流量：1.0 mL/min。

6.5.4.4 进样量：5 μ L。

6.5.4.5 柱温：35 $^{\circ}$ C。

6.5.5 试样溶液的制备

称取试样约20mg(精确至0.1mg)于50mL棕色容量瓶中，用适量甲醇溶解，再用甲醇水溶液稀释至刻度，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。

6.5.6 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，待最后一个组分流完（见图1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.5.7 结果计算

2-羟基-3-萘甲酸纯度及其有机杂质含量以 w_i 计，按式（2）计算：

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

式中：

A_i —试样溶液中各组分的峰面积数值；

$\sum A_i$ —试样溶液中各组分峰面积数值之和。

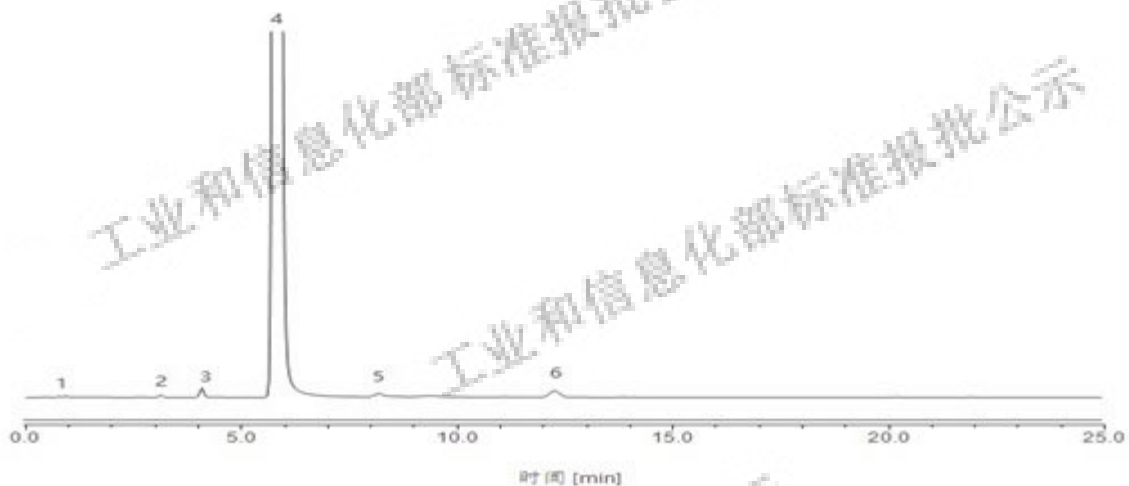
计算结果保留到小数点后两位。如结果小于0.01%，则保留一位有效数字。

6.5.8 允许差

2-羟基-3-萘甲酸纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.30%，各有机杂质含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.05%，取其算术平均值作为测定结果。

6.5.9 色谱图

2-羟基-3-萘甲酸液相色谱示意图见图1。



标引序号说明：

- 1——溶剂；
- 2——未知物；
- 3——2-羟基-6-萘甲酸；
- 4——2-羟基-3-萘甲酸；
- 5——未知物；
- 6——2-萘酚。

图1 2-羟基-3-萘甲酸液相色谱示意图

6.6 碱不溶物的质量分数测定

称取2-羟基-3-萘甲酸试样约2g，加入50mL氢氧化钠溶液（20g/L），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。

碱不溶物含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.02%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

6.7 水分的质量分数测定

称取试样为0.5g~0.8g，样品溶剂为1体积甲醇和3体积三氯甲烷的混合溶剂。其他按照GB/T 2386-2014中3.4的规定进行测定。

水分含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.03%（质量分数），取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.8 灰分的测定

称取试样为2.0g~3.0g，灼烧温度为（700±2）℃。其他按照GB/T 21876的规定进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

本文件第4章表1所列的所有检验项目均为型式检验项目，其中1~6为出厂检验项目，应逐批进行检验。在正常连续生产情况下，每个月至少进行一次型式检验。但如有下述情况需进行型式检验：

- a) 新产品最初定型时；
- b) 产品异地生产时；
- c) 生产配方、工艺及原材料有较大改变时；
- d) 停产三个月后又恢复生产时；
- e) 客户提出要求时。

7.2 出厂检验

2-羟基-3-萘甲酸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-3-萘甲酸均符合本文件的要求。

7.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本文件的规定时，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文件的要求，则整批产品不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

2-羟基-3-萘甲酸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。

8.2 标签

2-羟基-3-萘甲酸产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号和等级。

8.3 包装

2-羟基-3-萘甲酸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 $50\text{kg} \pm 0.5\text{kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

8.4 运输

2-羟基-3-萘甲酸产品在运输过程中应防止暴晒和碰撞。

8.5 贮存

2-羟基-3-萘甲酸产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。