



中华人民共和国国家标准

GB/T 23676—2009

色 酚 AS-BI

Naphthol AS-BI

2009-04-24 发布

2009-12-01 实施



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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
色 酞 AS-BI
GB/T 23676—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 0.5 字数 9 千字
2009 年 7 月第一版 2009 年 7 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-38171 定价 14.00 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

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。

本标准主要起草人:蒲爱军。

色 酚 AS-BI

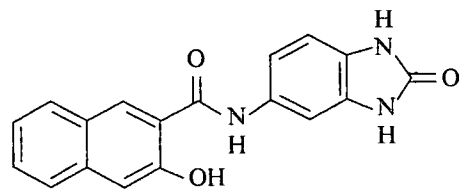
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了色酚 AS-BI 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。

本标准适用于色酚 AS-BI 的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_{18}H_{13}N_3O_3$

相对分子质量: 319.31 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 26848-40-8

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 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 2386—2006 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

3 要求

色酚 SA-BI 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 色酚 AS-BI 的质量要求

项 目	指 标
外观	黄色或棕黄色粉末
色酚 AS-BI 的纯度(HPLC)/%	≥ 99.00
2-羟基-3-萘甲酸的含量(HPLC) /%	≤ 0.30
5-氨基苯并咪唑酮的含量(HPLC) /%	≤ 0.20
碱不溶物的质量分数/%	≤ 0.50
水分的质量分数/%	≤ 0.30

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀的产品为一批。每批采样数量应符合 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,所采样品总量不得少于 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

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。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 色酚 AS-BI 的纯度及其有机杂质含量的测定(HPLC)

5.3.1 原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇与水的体积比为 60 : 40(水中含 1.5 g/L 四丁基溴化铵,2 g/L 磷酸二氢钾)为流动相,分离色酚 AS-BI 及其异构体,经紫外(240 nm)检测,用峰面积归一化法测定色酚 AS-BI 的纯度及其有机杂质的含量。

5.3.2 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 。

5.3.3 试剂和溶液

- a) 水:经 0.45 μm 水膜过滤;
- b) 甲醇:色谱纯;
- c) 四丁基溴化铵;
- d) 磷酸二氢钾;
- e) N,N-二甲基甲酰胺(DMF)。

5.3.4 色谱分析条件

- a) 流动相:甲醇与水的体积比为 60 : 40(水中含 1.5 g/L 四丁基溴化铵和 2 g/L 磷酸二氢钾);
- b) 波长:240 nm;
- c) 流量:0.8 mL/min;
- d) 柱温:室温;
- e) 进样量:5 μL 。

可根据仪器设备的不同,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。

5.3.5 测定步骤

称取试样约 10 mg(精确至 0.1 mg)于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL N,N-二甲基甲酰胺,置于超声波中震荡至完全溶解,加入甲醇稀释并定容,摇匀,再置于超声波发生器脱气,取出备用。

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。

5.3.6 结果计算

色酚 AS-BI 的纯度及其有机杂质的含量以 w_i 计,数值用%表示,按式(1)计算:

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

式中:

A_i ——色酚 AS-BI 及其有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和。

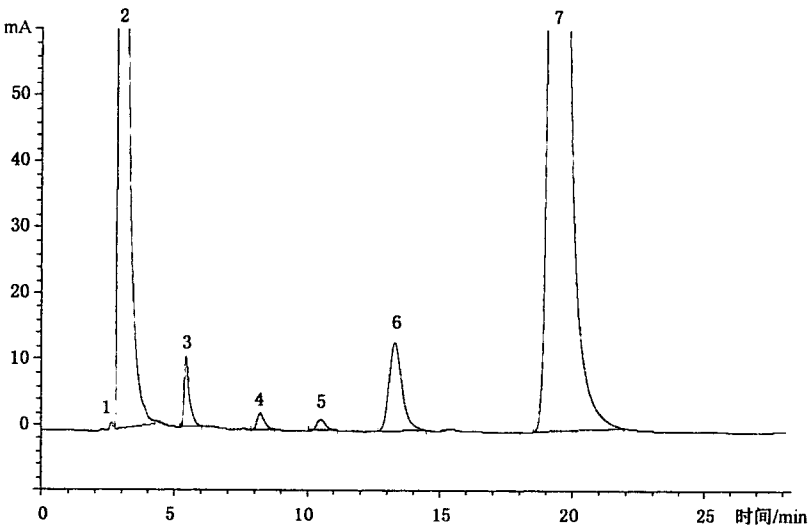
计算结果表示到小数点后两位。

5.3.7 允许差

色酚 AS-BI 纯度的两次平行测定结果之差应不大于 0.2%,有机杂质含量的两次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。

5.3.8 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——5-氨基苯并咪唑酮;
- 2——溶剂(DMF);
- 3——未知物;
- 4——2-羟基-3-萘甲酸;
- 5——未知物;
- 6——未知物;
- 7——色酚 AS-BI。

图 1 色酚 AS-BI 液相色谱示意图

5.4 碱不溶物的测定

按 GB/T 2381—2006 中的有关色酚的规定进行。烘干时间为 2 h。
两次平行测定结果之差应不大于 0.1%(质量分数)。

5.5 水分的测定

称样量约 2 g(精确至 0.000 1 g),烘干温度为 100 ℃~105 ℃,其他按 GB/T 2386—2006 中的 3.2 “烘干法”进行测定。
两次平行测定结果之差应不大于 0.06%(质量分数)。

GB/T 23676—2009

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

色酚 AS-BI 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色酚 AS-BI 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

色酚 AS-BI 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。

7.2 包装

色酚 AS-BI 用内衬塑料袋的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 kg±

0.2 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输中应避免曝晒雨淋,不应挤压和碰撞,防止包装损坏。

7.4 贮存

色酚 AS-BI 应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内,防止受潮受热,远离火源。



GB/T 23676—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38171

定价: 14.00 元