

ICS 71.080.40
G17

团 体 标 准

T/CIESC XXXX-2020

2,6-萘二甲酸

2,6-Naphthalene dicarboxylic acid

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国化工学会归口。

本标准由唐山开滦化工科技有限公司、北京石油化工学院、***、***、***等单位起草。

本标准起草人：***、***、***、***、***、***。

本标准首次发布。

2, 6-萘二甲酸

1 范围

本标准规定了 2,6-萘二甲酸的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以 2-烷基-6-酰基萘或 2,6-二烷基萘为原料，经液相氧化生产的 2,6-萘二甲酸，以及再经活性炭脱色、重结晶、分离、干燥后制得的高纯 2,6-萘二甲酸。

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 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 7531-2008 有机化工产品灼烧残渣的测定
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 21354-2008 粉末产品振实密度测定通用方法
- GB/T 28724-2012 固体有机化学品熔点的测定 差示扫描量热法

3 要求

2,6-萘二甲酸的技术指标见表1。

表 1 2, 6-萘二甲酸的技术指标

序号	项目	通用品	优等品	专用品
1	外观	浅黄色结晶粉末	浅黄白色结晶粉末	白色结晶粉末
2	含量，%（质量分数） ≥	96.50	98.50	99.50
3	密度，g/cm ³ ≥	1.46	1.48	1.49
4	水分，%（质量分数） ≤	0.15	0.15	0.15
5	熔点，℃	310-313（分解）	310-313（分解）	310-313（分解）
6	灰分，mg/kg ≤	3.0	3.0	3.0

4 试验方法

4.1 外观

将约 10g 样品均匀地撒在一平面上，并衬以白色背景，在日光或日光灯下用肉眼观察。

4.2 含量

通过高效液相色谱仪进行测定。

液相色谱分析条件为：ACQUITY UPLC BEH C18 色谱柱(参数 1.7 μ m 2.1x100mm Col); 柱温 40℃; 流动相乙腈的体积与甲酸(体积分数为 0.001%的水溶液)的体积比为 $V_{\text{乙腈}} : V_{\text{甲酸水溶液}} = 53 : 47$; 采用缓慢梯度淋洗法(流速 0.82mL/min, 经过 2 min 到达 0.90mL/min); 荧光检测器, 检测波长 210nm; 进样量 20 μ L。

4.2.1 试样溶液的配制

在 110℃条件下于烘箱干燥至恒重, 准确称取 0.001 g (精确到 0.0001 g) 样品, 置于 50 mL 烧杯中, 加入适量的 0.1mol/L 的 NaOH 溶液使其完全溶解, 将其转入 100 mL 容量瓶中, 用去离子水定容到刻度, 摇匀, 过滤, 将滤液转到 10 mL 样品瓶中, 溶液中样品的质量浓度为 9-11 mg/L, 备用。

4.2.2 混合标样的配制

分别称取适量的 2,6-萘二甲酸, 以及其合成副产物偏苯三酸和 6-甲酰基-2-萘酸的标准样品, 将它们放在相应的 50mL 烧杯中分别加入适量的 0.1mol/L 的 NaOH 溶液使其完全溶解, 将其转入 100mL 容量瓶中, 用去离子水定容到刻度, 摇匀, 再从已配好的三种溶液中分别移取一定量, 放到同一个 100mL 容量瓶中再用去离子水定容到刻度, 摇匀, 过滤, 转移到 10mL 样品瓶中, 备用。

按上述同样的方法, 再配两个浓度互不相同的混合标样溶液, 备用。

4.2.3 混合标样和样品的定性分析

按上述液相色谱操作条件分析混合标样, 得到完整的色谱图; 按同样的方法, 再分别将单组分标样注入系统进行分析, 得到组分色谱图。按照保留时间相同或相近的原则进行定性。

采用同样的方法, 对样品进行定性分析。

4.2.4 校准曲线绘制及样品测定

测定各标样的峰面积及其浓度, 根据线性原理进行回归计算校正, 得到被测标样的浓度和峰面积的校正关系; 以组分的浓度为横坐标, 以相应的峰面积为纵坐标绘制校准曲线。校准曲线方程分别为:

$$(1) S = 205.318449 \times C + 0.3075812, r = 0.99975;$$

$$(2) S = 109.867083 \times C + 1.1553565, r = 0.99989;$$

$$(3) S = 186.282199 \times C + 0.574014, r = 0.99801。$$

其中, S 为峰面积, C 为组分的质量浓度 (mg/L), r 为相关系数。(1、(2)、(3) 式分别为偏苯三酸、2,6-萘二甲酸和 6-甲酰基-2-萘酸的校准曲线方程。

结合样品谱图, 通过校准曲线计算样品中 2,6-萘二甲酸的含量。

4.3 密度

按照 GB/T 21354-2008 的规定进行测定。最终结果精确到 0.01g/cm³。

4.4 水分

按照 GB/T 6283 的规定进行测定。取两次重复测定结果的算术平均值作为分析结果, 应精确至 0.001%。两次重复测定结果之差应不大于其平均值的 5%。

4.5 熔点

按照 GB/T 617 的规定进行测定。结果有异议时, 以 GB/T 28724-2012 的方法为仲裁方法。

4.6 灰分

按照 GB/T 7531-2008 的规定进行测定，使用 0.01 mg 精度天平，结果保留到 0.1mg/kg。

5 检验规则

5.1 组批规则

可按生产周期、生产班次或产品贮存料仓组批。

5.2 取样方式

取样按 GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6679 规定的技术要求进行，取样量应不少于 1000g。

将样品混合均匀并分装于两个塑料袋中，密封并粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、批号或生产日期、采样日期和采样者姓名等内容。一袋供检验，另一袋保存备查。留样保存期为一年。

5.3 出厂检验

本产品检验为出厂检验，出厂检验项目为本标准表 1 中规定的所有项目。

5.4 判定规则

出厂检验的结果全部符合本标准表 1 的技术要求时，则判定该批产品合格，如出厂检验结果中有一项不符合表 1 技术指标的规定时，重新取样复检，复检结果仍有不符合表 1 技术要求的，则判定该产品不合格。

6 包装、标志、运输和贮存

6.1 包装

产品采用密封、不透光包装。包装可采用纸塑复合塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋、不透光的塑料吹塑袋以及其他适宜的包装袋，包装袋的质量符合相应包装袋标准的规定要求。根据生产企业和用户协商，也可采用其他包装形式和包装净含量。

6.2 标志

产品的包装袋上清楚地标明：生产企业名称及地址、商标、产品名称、标识、净含量、批号、执行标准编号等。

6.3 运输

产品的运输工具清洁、平整、干燥、无突出尖锐物以免刺穿、刮破包装件。产品在运输过程中，避免日晒、受潮和受污染。在装卸中不可使用铁钩等锐利工具，不可抛掷，以免破损或影响产品质量。

6.4 贮存

产品贮存于平整、干燥、清洁、通风的仓库内，不得露天裸露堆放，离暖气及其他热源 1 m 以上。

7 安全

T/CIESC XXXX-2020

2,6-萘二甲酸低毒，其粉尘能刺激上呼吸道粘膜，直接接触时应使用防尘呼吸器，并尽量避免粉尘生成；在有粉尘生成的地方，提供合适的排风设备。2,6-萘二甲酸为固体可燃物，着火时应使用砂子、石棉毯及泡沫灭火器等灭火工具。

凡是接触2,6-萘二甲酸的人员必须熟悉其安全规定，以保证安全。
