

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4259—XXXX

代替HG/T 4259-2011

咔唑

Carbazole

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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 4259—2011《呋唑》，与HG/T 4259—2011相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了产品质量要求（见第4章，2011年版的第3章）；
- b) 更改了采样要求的表述及采样量（见第5章，2011年版的第4章）；
- c) 更改了干品初熔点的烘干温度（见6.3，2011年版的5.3）；
- d) 增加了干品初熔点测定的允差值（见6.3）；
- e) 增加了干品初熔点测定的仪器方法（见6.3.2）；
- f) 更改了呋唑纯度及有机杂质的测定的方法（见6.5，2011年版的5.4）；

请注意本文件的某些内容可涉及专利。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：

本文件主要起草人：

本文件及其所替代文件的历次版本发布情况为：

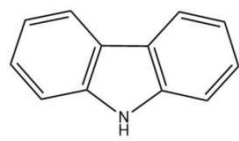
——2011年首次发布为HG/T 4259—2011；

——本次为第一次修订。

咔唑

1 范围

本文件规定了咔唑的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。
本文件适用于咔唑产品的质量控制。
结构式：



分子式：C₁₂H₉N
相对分子质量：167.21（按2022年国际相对原子质量）
CAS No.：86-74-8

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 2384—2021 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722—2023 化学试剂 气相色谱法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

咔唑的质量要求应符合表1的规定。

表 1 咔唑的质量要求

序号	项 目	指 标			试验方法章条号
		优等品	一等品	合格品	
1	外观	白至淡粉色粉状结晶	粉红色或灰色颗粒或粉状结晶		6.2
2	干品初熔点/℃ ≥	244.0	242.0	237.0	6.3
3	咔唑纯度/% ≥	99.00	98.00	95.00	6.4
4	蒽含量/% ≤	0.50	0.80	2.00	6.4
5	低沸物含量/% ≤	0.30	0.50	1.50	6.4
6	高沸物含量/% ≤	0.20	0.70	1.50	6.4

5 采样

以批为单位采样，生产厂以均匀产品为一批。每批采样数量应符合GB/T 6678—2003中7.6的规定，所采产品的包装应完好。

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，所采样品量不应少于200 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，另一个保存备查。

6 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。

6.1 一般规定

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂。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℃烘箱中干燥30 min，其他按GB/T 2384—2021中4.1的规定进行。

允许差：两次平行测定之差的绝对值应不大于0.3℃，取其算术平均值作为测定结果。

6.3.2 毛细管熔点仪法

试样研磨成细粉后于105℃烘箱中干燥30 min，其他按GB/T 2384-2021中4.2的规定进行。

允许差：两次平行测定之差的绝对值应不大于0.4℃，取其算术平均值作为测定结果。

6.4 咪唑纯度及有机杂质的测定

6.4.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法对咪唑及其有机杂质进行分离，使用氢火焰离子化检测器（FID）进行检测，采用峰面积归一化法定量。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 气相色谱仪：仪器的性能和稳定性应分别符合 GB/T 9722—2023 中 6.2 和 6.4 的规定。

6.4.2.2 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

6.4.2.3 色谱柱：长 30m，内径 0.32mm，膜厚 0.25 μm，固定相为（5%苯基）甲基聚硅氧烷或能达到同等分离效果的其他毛细管柱。

6.4.2.4 微量注射器。

6.4.2.5 超声波发生器。

6.4.2.6 色谱工作站或积分仪。

6.4.3 试剂

6.4.3.1 1,4-二氧六环：色谱纯。

6.4.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表2所示。

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	氮气
载气压力/kPa	70
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	300
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300
补偿气(氮气)流量/(mL/min)	20
分流比	10:1
进样量/μL	1.0
柱温/℃	180℃保持 10 min, 以 15℃/min 的速度升至 260℃, 保持 10 min。

6.4.5 试样溶液的制备

称取试样0.07 g（精确至0.0001g）于10 mL容量瓶中，加入1,4-二氧六环，超声溶解，冷却至室温后用1,4-二氧六环定容，摇匀，为试样溶液。

6.4.6 测定步骤

可根据仪器设备不同，选择最佳分析条件。开机预热，待仪器运行稳定后，用微量注射器或自动进样器吸取试样进样，待出峰完毕后（见图1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.4.7 结果计算

咔唑纯度及各有机杂质含量以 w_i 计，按式（1）计算：

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

式中：

A_i ——试样溶液中咔唑及各有机杂质的峰面积数值；

$\sum A_i$ ——试样溶液中咔唑及各有机杂质的峰面积数值之和

计算结果保留到小数点后两位。

注：低沸物为咔唑峰之前除蒽以外所有杂质峰之和；高沸物为咔唑峰之后所有有机杂质之和。

6.4.8 允许差

咔唑的纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.10%，各有机杂质平行测定结果之差的绝对值应不大于其算术平均值的10%，取其算术平均值作为测定结果。

6.4.9 色谱示意图

色谱示意图见图1。

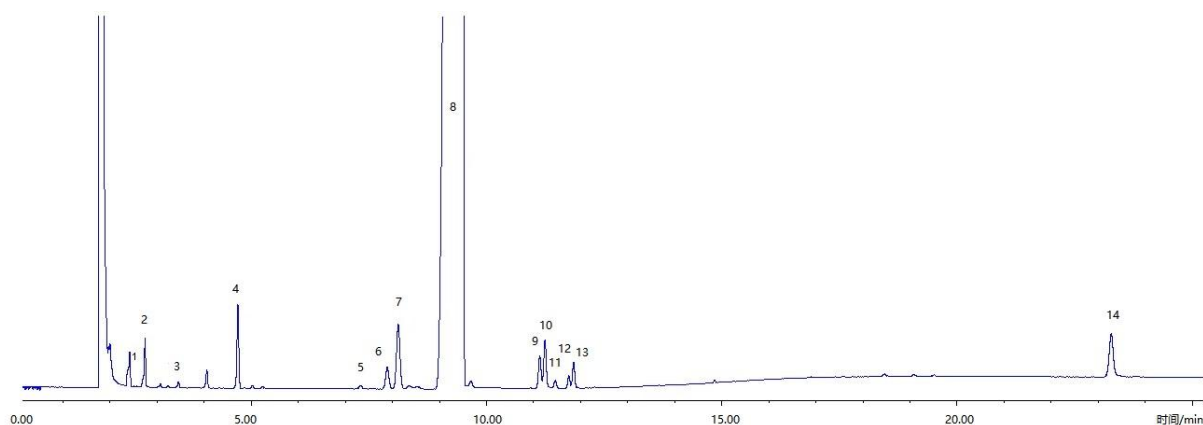


图 1 吡唑气相色谱示意图

标引序号说明：

- 1——萘；
- 2——2-甲基萘；
- 3——2, 3-二甲基萘；
- 4——茚；
- 5——硫茚；
- 6——菲；
- 7——蒽；
- 8——吡唑；
- 9——甲基吡唑；
- 10~14——未知物。

7 检验规则

7.1 检验分类

表1中规定的所有项目均为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

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产品均符合本文件的要求。

7.3 复检

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复检，复检的结果有一项指标不符合本文件的要求，整批产品判定为不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品的每个包装上都应涂上牢固、清晰标志，标志内容至少应有：
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

产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、本文件编号、批号和等级。

8.3 包装

产品装于内衬塑料袋的编织袋中。每袋净含量 $25\text{kg} \pm 0.25\text{kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

8.4 运输

产品在运输过程中应小心轻放，防火、防晒、防潮、防雨，不应损坏包装。

8.5 贮存

产品应贮存于阴凉、干燥、避光、通风的库房内，应远离火源和热源。
