

中华人民共和国国家标准

GB/T 23672—2009

2-乙基蒽醌

2-Ethylanthraquinone

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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、吉林市龙潭区松龙助剂厂化工福利厂(原吉化松江化工厂)。

本标准主要起草人:杨杰民、唐树森、邢国光、曹东明、寇秀英。

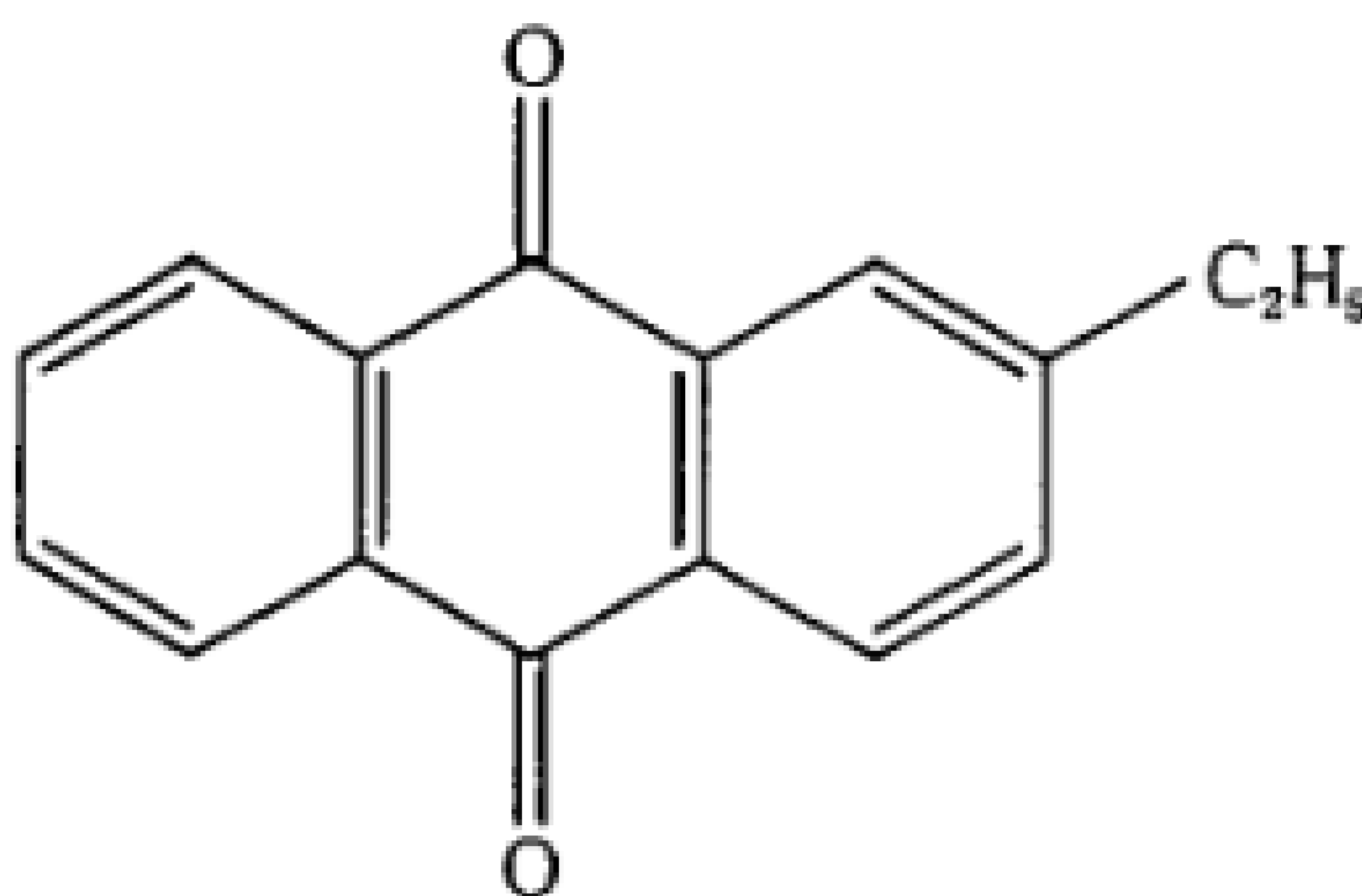
2-乙基蒽醌

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。

1 范围

本标准规定了 2-乙基蒽醌的要求、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 2-乙基蒽醌的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_{16}H_{12}O_2$
相对分子质量: 236.27(按 2007 年国际相对原子质量)
CAS RN: 84-51-5

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 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,ISO 780:1997,MOD)
- GB/T 2384 染料中间体 熔点范围的测定通用方法
- 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
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定的通用方法
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定的通用方法

3 要求

2-乙基蒽醌的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2-乙基蒽醌质量要求

项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合 格 品
(1) 外观	浅黄色片状或粉末		桔红色至栗棕色块状或粉末
(2) 干品初熔点/℃	≥ 107.0	≥ 107.0	≥ 106.0

表 1 (续)

项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合 格 品
(3) 2-乙基萘醌纯度/%	≥ 98.50	≥ 98.00	—
(4) 苯不溶物的质量分数/%	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 2.00
(5) 水分的质量分数/%	≤ 0.20	≤ 0.20	≤ 2.00
(6) 铁的质量分数/(mg/kg)	≤ 5.0	≤ 10.0	—
(7) 氯的质量分数/(mg/kg)	≤ 10.0	≤ 40.0	—
(8) 硫的质量分数/(mg/kg)	≤ 10.0	≤ 20.0	—

4 采样

以批为单位采样。采样单元数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。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的磨口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:产品名称、批号、生产厂名称、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 干品初熔点的测定

烘干温度 80 ℃±5 ℃,烘干 2 h,其他按 GB/T 2384 的规定进行。

5.4 2-乙基萘醌纯度的测定

5.4.1 方法提要

采用反相高效液相色谱法,在 C₁₈ 柱上,经紫外检测器检测,用峰面积归一法测定 2-乙基萘醌的纯度。

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 ±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 6.0 mm 的不锈钢柱,固定相为 C₁₈ 5 μm;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 微量注射器:10 μL~25 μL,平头;
- e) 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 四氢呋喃:色谱纯。

5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相:甲醇、水与四氢呋喃的体积比为 8:1:1;

- b) 波长: 254 nm;
- c) 流量: 1.0 mL/min;
- d) 进样量: 5 μ L。

可根据装置不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后过滤用超声波发生器脱气。

5.4.5 试样溶液的制备

称取经研磨干燥的试样约 0.025 g(精确至 0.000 2 g),置于 25 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度。

5.4.6 测定步骤

开启色谱仪,待仪器运行稳定后,用微量注射器进试样溶液 5 μ L,注入进样阀。待各组分流出完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.7 结果计算

2-乙基蒽醌纯度以 w 计,数值用%表示,按式(1)计算:

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

式中:

A ——2-乙基蒽醌的峰面积的数值;

$\sum A_i$ ——组分 i 的峰面积数值之和。

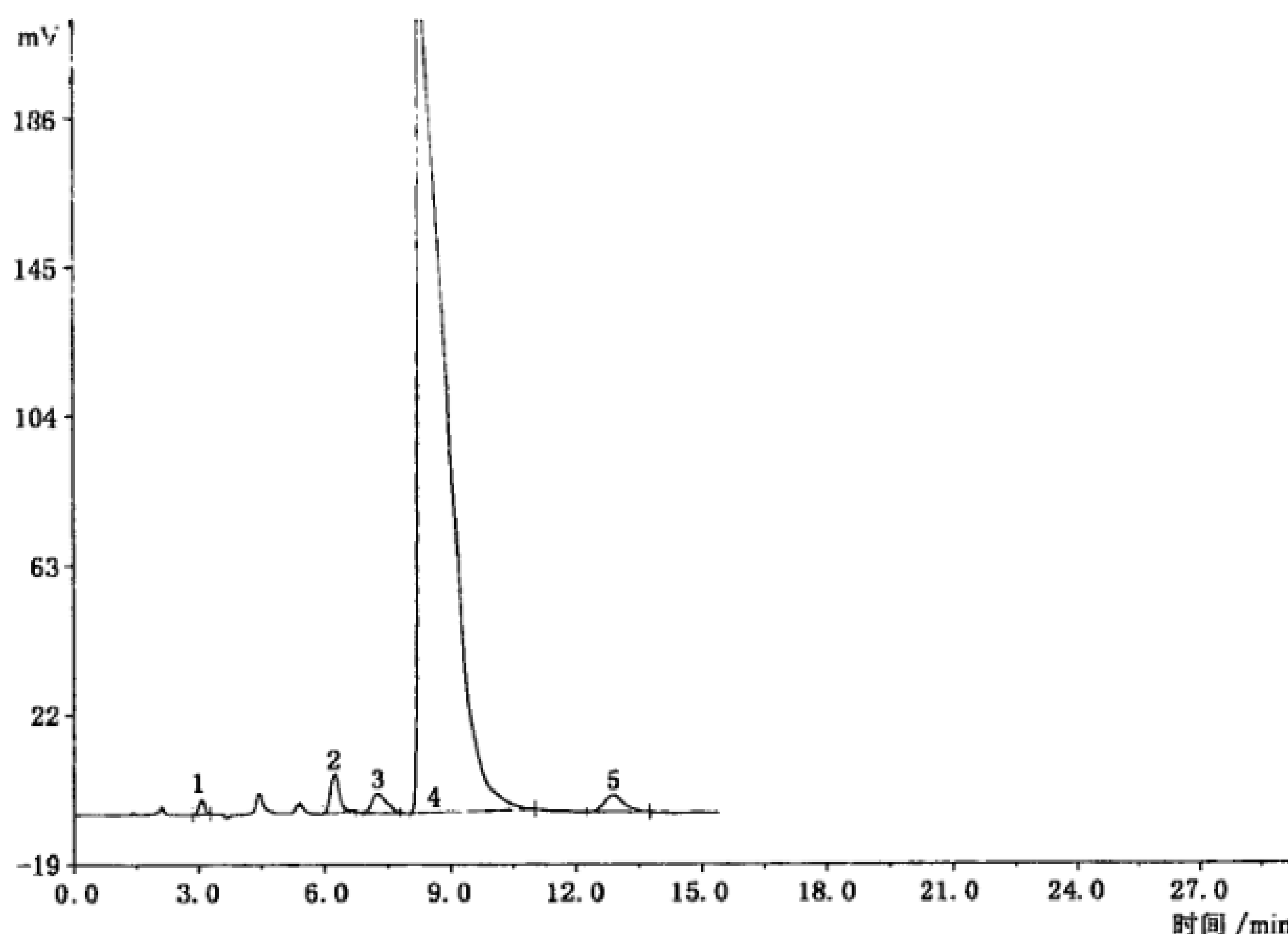
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.8 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。

5.4.9 色谱图

2-乙基蒽醌的色谱图见图 1。



- 1——未知物;
- 2——未知物;
- 3——未知物;
- 4——2-乙基蒽醌;
- 5——未知物。

图 1 2-乙基蒽醌液相色谱示意图

5.5 苯不溶物的测定

5.5.1 方法提要

将试样经脂肪提取器回流然后烘干称量,根据试样质量的减少计算苯不溶物含量。

5.5.2 仪器

脂肪提取器 250 mL。

5.5.3 试剂

苯。

5.5.4 测定步骤

称取试样 1.0 g(精确至 0.000 2 g),置于已恒量的滤纸筒中,安装在内有 250 mL 苯的脂肪提取器中,回流 2.5 h 取出,将滤纸筒放入烘箱在 100 ℃±5 ℃下烘 2 h 称量。

5.5.5 结果计算

苯不溶物含量以质量分数 w_1 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_1 ——滤纸筒质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——滤纸筒与苯不溶物总质量的数值,单位为克(g);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.5.6 允许差

优等品、一等品两次平行测定结果之差不大于 0.02%(质量分数),合格品不大于 0.2%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分的测定

称样量为 2 g,烘干温度为 80 ℃,时间为 30 min,其他按 GB/T 2386—2006 中 3.2“烘干法”的规定进行。

5.7 铁含量的测定

5.7.1 方法提要

用抗坏血酸将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH=2~9 时,二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物与标准铁色价目视比较。

5.7.2 仪器

- a) 比色管:25 mL;
- b) 移液管:1 mL、5 mL、10 mL;
- c) 瓷坩埚:30 mL;
- d) 高温电炉:700 ℃±25 ℃。

5.7.3 试剂和溶液

- a) 硫酸亚铁铵;
- b) 抗坏血酸溶液:2 g/L;
- c) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5;
- d) 硝酸溶液:硝酸与水的体积比为 1:9;
- e) 邻菲罗啉溶液:0.2 g/L。

5.7.4 标准溶液的制备

5.7.4.1 铁标准溶液:($c=0.1\text{ mg/mL}$)

准确称取 0.702 g(精确至 0.000 2 g)硫酸亚铁铵,溶于含有 0.5 mL 硫酸的水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度摇匀备用(A 液)。

5.7.4.2 铁标准溶液:($c=0.001\text{ mg/mL}$)

准确吸取 1 mL 标准溶液 A 液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。此溶液现用现配(B 液)。

5.7.5 测定步骤

准确称取 2.0 g 试样(精确至 0.000 2 g)置于 30 mL 瓷坩埚中,在电炉上炭化,然后移入高温电炉中在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 4 h,将灰化的残渣取出冷却至室温,加 1 mL 硝酸溶液溶解,然后移入 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤瓷坩埚,用水稀释至刻度摇匀,取 10 mL 试样液,分别取标准溶液(B 液)0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL……2.0 mL,于 25 mL 比色管中,加 1 mL 抗坏血酸溶液、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}=4.5$),1 mL 邻菲罗啉溶液,稀释至刻度摇匀,放置 15 min 所呈红色与标准铁色价进行比较。

5.7.6 结果计算

铁含量以质量分数 w_2 计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{cV}{m \times \frac{V_1}{V_2} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- c ——铁标准溶液的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V ——加入的已知铁含量标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量数值,单位为克(g);
- V_1 ——10 mL 移液管的准确数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——100 mL 容量瓶的准确数值,单位为毫升(mL)。

5.8 氯的测定

准确称取 1.0 g 试样(精确至 0.000 2 g)放入 30 mL 瓷坩埚中在电炉上炭化(温度不能过高)然后放入高温电炉中在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 0.5 h,取出冷却至室温,其他按 GB/T 9729 中规定进行测定。

5.9 硫的测定

准确称取 1.0 g 试样(精确至 0.000 2 g)放入 30 mL 瓷坩埚中在电炉上炭化(温度不能过高),然后放入高温电炉中在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 0.5 h,取出冷却至室温,其他按 GB/T 9728 中的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准的第 3 章表 1 中所列的检验项目均为型式检验项目。其中除(4)、(6)项外,其余均为出厂检验项目,应逐批进行检验。在正常连续生产情况下,每季度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。

6.2 出厂检验

2-乙基蒽醌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 2-乙基蒽醌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

2-乙基蒽醌的每个包装容器上都应按 GB/T 191 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、批号和等级。

7.2 包装

2-乙基蒽醌用内衬塑料袋的编织袋包装,封闭要严密,每件净含量 $25\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输中应防止曝晒和雨淋,不得强力挤压和碰撞。

7.4 贮存

产品应贮存在干燥、通风的库房内。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
2-乙基蒽醌

GB/T 23672—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

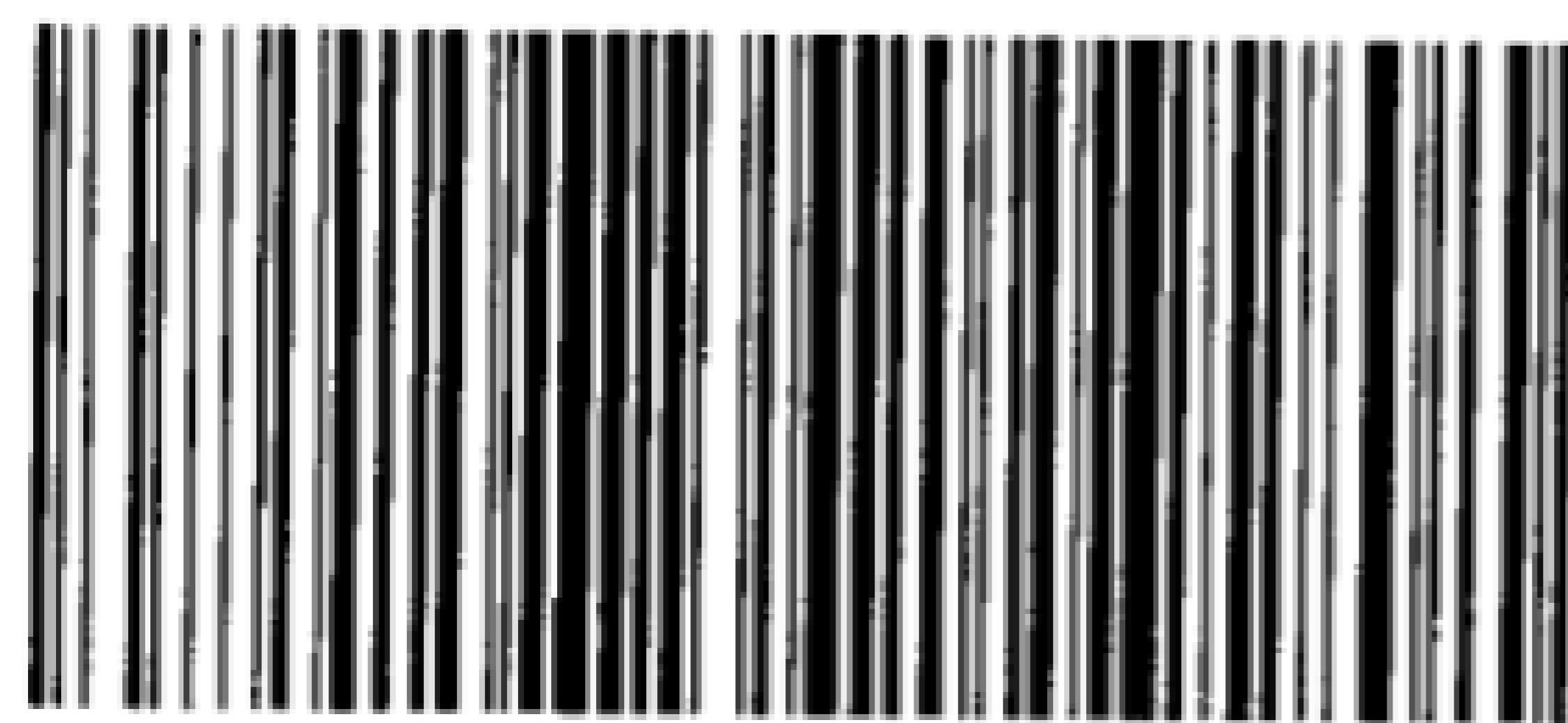
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-38167 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 23672-2009

www.bzxz.net

免费标准下载网