

ICS 71.080.99
G 18



中华人民共和国国家标准

GB/T 30054—2013

异 喹 啉

Isoquinoline

2013-12-17 发布

2014-05-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会炼焦化学分技术委员会(TC 469/SC 3)归口。

本标准起草单位:莱芜雅鲁生化有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:谢鞠芳悦、王晓燕、高玉凤、魏开锋、吴江华、孙伟、仇金辉、郑景须。

异 喹 啉

1 范围

本标准规定了异喹啉技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和质量证明书。
本标准适用于从高温煤焦油中提取的焦油碱，经精馏和结晶制得的异喹啉。

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 1999 焦化油类产品取样方法

GB/T 2288—2008 焦化产品水分测定方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 技术要求

异喹啉的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 异喹啉技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
异喹啉(质量分数)/% 不小于	97.0	96.0	95.0
外观	淡黄色至褐色液体或晶体		
水分(质量分数)/% 不大于	0.5		

4 试验方法

- 4.1 外观:将熔融试样倒入内径 22 mm 的无色透明玻璃试管中,与投射光下目测其颜色。
- 4.2 异喹啉中异喹啉含量(质量分数,%)的测定按附录 A 的规定进行。
- 4.3 水分的测定按 GB/T 2288—2008 中方法一(蒸馏法)或方法三(卡尔·费休法)规定进行;以方法一(蒸馏法)规定进行仲裁。

5 检验规则

- 5.1 异喹啉的质量检验和验收由供方质量检验部门进行。用户有权按本标准验收收到的产品。
- 5.2 试样的采取与制备按 GB/T 1999 规定进行。
- 5.3 当产品出现不合格项时,应双倍取样对不合格项进行检验,检验合格,本批产品判为合格,如仍不

合格,则该批产品为不合格。当用户对产品有异议时,应在收到产品 7d 内提出,由供需双方协商解决。

5.4 数值的修约按 GB/T 8170 规定进行。

6 包装、运输、贮存和质量证明书

6.1 本产品装入洁净、干燥的 200 L 镀锌铁桶或汽车槽车、集装罐中,封口后发货。

6.2 包装桶上应标有有害品标志,还应标明:产品名称、产品标准编号、批号等级、净重、供方名称和地址。

6.3 每批出厂产品都应附有质量证明书。证明书内容应包括:产品名称、产品标准编号、批号、净重、供方名称和地址、生产日期和本标准规定的各项检查结果。

6.4 本产品有毒,在高温时分解放出有毒的氧化氮气体,故要贮存于阴凉通风的仓库内,应与氧化剂、酸类、食品添加剂分开存放,搬运时需轻装轻卸,防止包装破损。

6.5 供方应提供本产品的危险化学品安全技术说明书(MSDS)和安全标签。

附 录 A

(规范性附录)

异喹啉中异喹啉含量的测定方法

A.1 原理

用 PEG-20M 弹性石英毛细管色谱柱将异喹啉中的异喹啉与其他杂质组分(2-甲基喹啉、喹啉、2-甲基萘、1-甲基萘等)分离,按校正面积归一法进行定量,计算试样中异喹啉的质量分数。

A.2 试剂和材料

A.2.1 异喹啉、喹啉、1-甲基萘、2-甲基萘、2-甲基喹啉:色谱纯。

A.2.2 丙酮:分析纯。

A.2.3 氢气:体积分数不低于 99.99%。

A.2.4 氮气:体积分数不低于 99.99%。

A.2.5 净化空气:无腐蚀性杂质,使用前经过脱油、脱水处理。

A.3 仪器

A.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化鉴定器,FID 检测限 $<5\times 10^{10}$ g/s(苯或正十六烷)。

A.3.2 色谱工作站或色谱数据处理机。

A.3.3 PEG-20M 弹性石英毛细管色谱柱,规格 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m 或能达到分离要求的同类型毛细管色谱柱。

A.3.4 分析天平:感量 0.000 1 g。

A.3.5 微量注射器:10 μ L。

A.3.6 容量瓶。

A.3.7 移液管。

A.4 分析步骤

A.4.1 仪器的操作条件

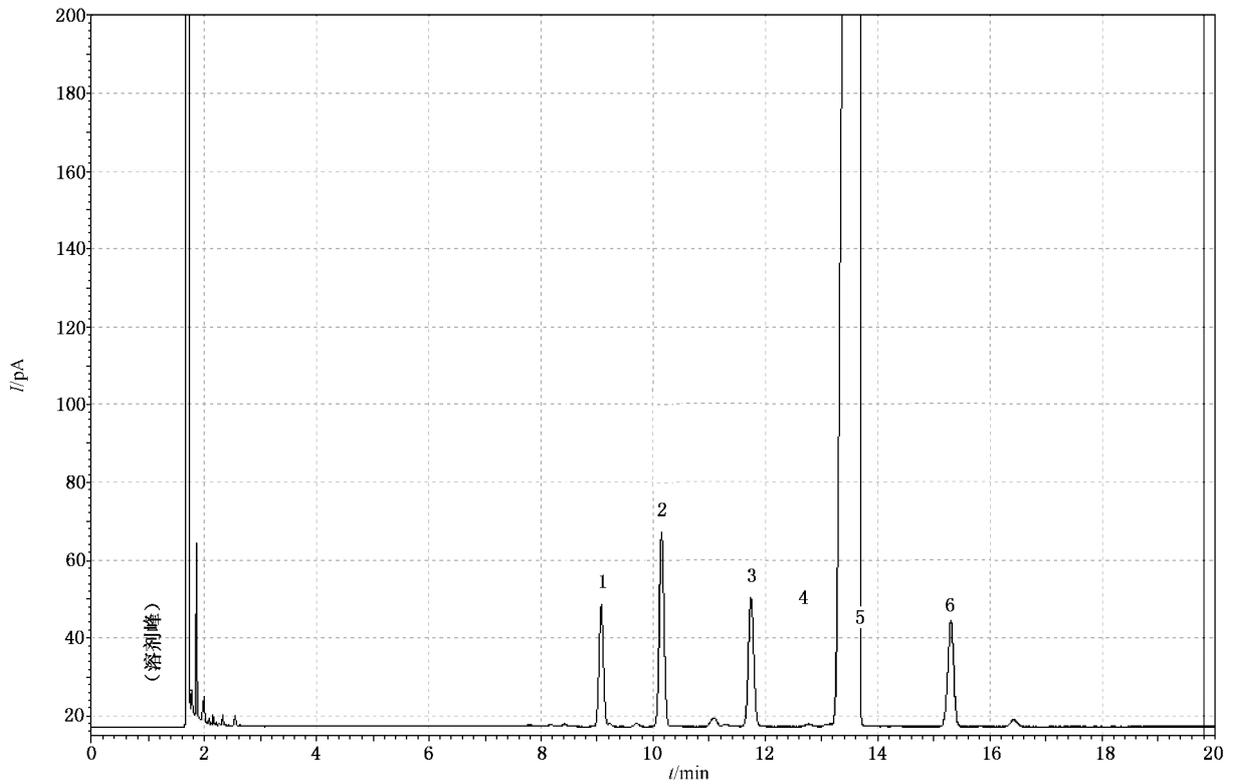
表 A.1 中所列为典型的操作条件,允许根据实际情况作适当的调节,但需符合下列要求:

- a) 异喹啉与 2-甲基喹啉的分离度 $R\geq 1.5$;
- b) 进样量和仪器的灵敏度应控制在异喹啉和未知峰组分的线性响应范围内。

表 A.1 典型操作条件

色谱柱	30 m×0.25 mm×0.25 μm	空气流量	300 mL/min
检测器	氢火焰检测器	尾吹流量	30 mL/min
柱温	140 °C	检测限	<5×10 ⁻¹⁰ g/s (苯或正十六烷)
气化室温度	250 °C	最小峰面积	500 μV·s
检测器温度	280 °C	半峰宽	2 s
载气	N ₂	进样量	0.2 μL
柱流量	1 mL/min	溶剂切割时间	3.5 min
氢气流量(H ₂)	30 mL/min	分流比	60 : 1

在上述操作条件下,喹啉产品的典型色谱图如 A.1 所示,各组分的相对保留值见表 A.2。



说明:

- 1——2-甲基萘;
- 2——1-甲基萘;
- 3——喹啉;
- 4——2-甲基喹啉;
- 5——异喹啉;
- 6——不明物。

图 A.1 异喹啉产品的典型色谱图

表 A.2 各组分的相对保留值

序号	组分名称	相对保留值
1	2-甲基萘	0.61
2	1-甲基萘	0.75
3	喹啉	0.82
4	2-甲基喹啉	0.97
5	异喹啉	1.00(13.65 min)
6	不明物	1.13

A.4.2 校正因子的测定

A.4.2.1 标准样品的配制

配制与被测试样各组分含量相接近的标准样品。准确称量异喹啉等(见 A.2.1)共 3 g~4 g 左右(称准至 0.000 1 g)于容量瓶中,加入丙酮 40 mL 进行稀释,混合均匀后备用。标准样品中各组分(A.2.1)的含量按实际的组成含量进行换算。

A.4.2.2 标准样品的色谱分析

按 A.4.1 调整好色谱仪,用微量注射器注入 0.6 μL 标准样品(见 A.4.2.1),使总的峰面积在 $3 \times 10^4 \text{ pA} \cdot \text{s} \sim 6 \times 10^4 \text{ pA} \cdot \text{s}$ 或 $5 \times 10^5 \mu\text{V} \cdot \text{s} \sim 8 \times 10^5 \mu\text{V} \cdot \text{s}$ 范围内。平行测定 3~5 次,通过色谱工作站(或色谱处理器)测量峰面积,并确保每次对异喹啉和未知峰等组分的切割方式一致(当峰拖尾时,推荐采用斜切方式)。

A.4.2.3 校正因子的计算

A.4.2.3.1 以异喹啉(见 A.2.1)为基准物,按式(A.1)计算各组分相对校正因子:

$$f_i = \frac{A_{\text{异喹啉}} \times m_i}{A_i \times m_{\text{异喹啉}}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

f_i —— i 组分的相对校正因子;

A_i —— i 组分的峰面积,单位为皮安秒或微伏秒($\text{pA} \cdot \text{s}$ 或 $\mu\text{V} \cdot \text{s}$);

$A_{\text{异喹啉}}$ —— 异喹啉(见 A.2.1)的峰面积,单位为皮安秒或微伏秒($\text{pA} \cdot \text{s}$ 或 $\mu\text{V} \cdot \text{s}$);

m_i —— i 组分的质量,单位为克(g);

$m_{\text{异喹啉}}$ —— 异喹啉(见 A.2.1)的质量,单位为克(g)。

A.4.2.3.2 在正常条件下,校正因子每隔三个月验证一次,以保证定量的准确性。但如果色谱条件改变,则必须重新验证校正因子。

A.4.3 试样的测定

A.4.3.1 称取约 1 g 待测试样于容量瓶中,用 10 mL 丙酮溶剂,对待测试样进行稀释,作为分析试样。

A.4.3.2 按 A.4.1 调整好色谱仪,用微量注射器注入 0.6 μL 分析试样(见 A.4.3.1),使总的峰面积在 $3 \times 10^4 \text{ pA} \cdot \text{s} \sim 6 \times 10^4 \text{ pA} \cdot \text{s}$ 或 $5 \times 10^5 \mu\text{V} \cdot \text{s} \sim 8 \times 10^5 \mu\text{V} \cdot \text{s}$ 范围内,通过色谱工作站(或数据处理器)测量各组分的峰面积,并确保每次对异喹啉和未知峰等组成的切割方式与测定校正因子的方式相一

致。每个样品重复测定两次,取两次分析的算术平均值作为测定结果报出。

A.5 结果计算

按式(A.2)计算异喹啉的质量分数:

$$X_{\text{异喹啉}} = \frac{A_{\text{异喹啉}} \times f_{\text{异喹啉}}}{\sum_{i=1}^n (A_i \times f_i)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- $X_{\text{异喹啉}}$ —— 异喹啉的质量分数, %;
- $f_{\text{异喹啉}}$ —— 异喹啉的相对校正因子;
- n —— 试样中所检出组分总数。

A.6 精密度

重复性:不大于 0.4%。
