

中华人民共和国国家标准

GB/T 2405—2013
代替 GB/T 2405—2006

蒽 醋

Anthraquinone

2013-07-19 发布

2013-12-01 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

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 2405—2006《蒽醌》，与 GB/T 2405—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见第 1 章)；
- 修改了气相色谱法中溶解蒽醌用溶剂(见 5.4,2006 年版的 5.4)；
- 修改了气相色谱法测定蒽醌纯度时的称样量(见 5.4,2006 年版的 5.4)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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：江苏吉华化工有限公司、盐城汇百实业有限公司、江苏润江精细化工有限公司、淄博永新化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：陈美芬、季浩、陈启俊、张雪峰、王夫臣、陈小勇、杨志城。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 2405—1980、GB/T 2405—1994、GB/T 2405—2006。

蒽 醣

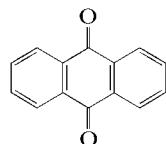
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

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、运输和贮存。

本标准适用于蒽醌的产品质量检验。

结构式：



分子式： $C_{14}H_8O_2$

相对分子质量：208.21(按2009年国际相对原子质量)

CAS RN：84-65-1

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 534 工业硫酸

GB/T 2384—2007 染料中间体 熔点范围测定通用方法

GB/T 2386—2006 染料及中间体 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 7531—2008 有机化工产品灰分的测定

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

蒽醌的质量应符合表1的要求。

表 1 葱醍的质量要求

| 项 目 | 指 标 | | | 试验方法 |
|------------------|-----------------|-------|-------|------|
| | 优等品 | 一等品 | 合格品 | |
| (1) 外观 | 黄色或浅灰至灰绿色结晶(粉末) | | | 5.2 |
| (2) 干品初熔点/℃ ≥ | 284.2 | 283.0 | 280.0 | 5.3 |
| (3) 葱醍质量分数/% ≥ | 99.00 | 98.50 | 97.00 | 5.4 |
| (4) 灰分质量分数/% ≤ | 0.20 | 0.50 | 0.50 | 5.5 |
| (5) 加热减量质量分数/% ≤ | 0.20 | 0.40 | 0.50 | 5.6 |

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。所采样产品的包装应完好,采样时勿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,所采样品总量不得少于 500g。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,一个保存备查

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

5.3.1 方法原理

以加热的方式,使毛细管中的试样从低于其初熔时的温度逐渐升至高于其终熔时的温度,通过目测观察其初熔温度,即为试样的干品初熔点。

5.3.2 仪器

5.3.2.1 毛细管

用硬质 11 号玻璃制成的毛细管,内经 0.9 mm~1.1 mm,壁厚 0.15 mm~0.20 mm,长 50 mm~70 mm,一端封熔。

5.3.2.2 测量温度计

棒状,温度范围 250 ℃~300 ℃,分度值为 0.1 ℃,长约 400 mm,全浸或局浸并经过校正的温度计。

5.3.2.3 辅助温度计

温度范围 0 ℃~100 ℃, 分度值为 1 ℃的普通温度计。

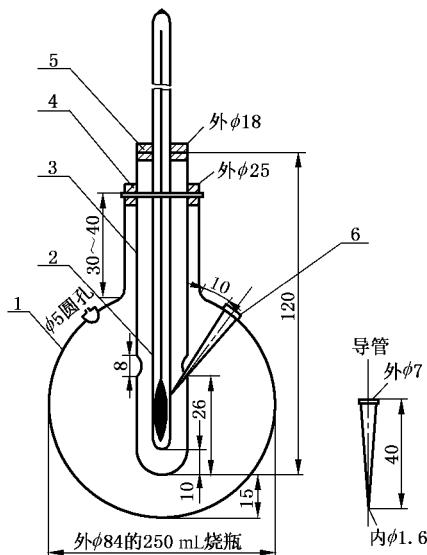
5.3.2.4 加热器

带电子控制器的加热或其他加热均匀、安全、易控制温度的加热装置(如电加热套)。

5.3.2.5 熔点测定仪

容积 250mL 的圆底烧瓶, 直径 80 mm, 颈长 30 mm~40 mm, 口径约 28 mm, 在瓶上方离瓶颈约 10 mm 处有两个相对称的直径 5 mm 的圆孔。试管长 110 mm~120 mm, 直径约 18 mm, 离管底约 27 mm 处有两个对称的直径 5 mm~8 mm 的圆孔。锥形导管长 40 mm, 上口外径大于 7 mm, 下口内径 1.6 mm, 外径约 3 mm。熔点测定仪装置见图 1。

单位为毫米



说明:

- 1——圆底烧瓶；
- 2——温度计；
- 3——试管；
- 4,5——胶塞；
- 6——导管。

图 1 熔点测定仪装置

5.3.3 传热液体

201 型甲基硅油(黏度在 500 号以上)或硫酸 + 硫酸钾混合液(220 mL 浓硫酸中加入 70 g~80 g 无水硫酸钾, 再加入 0.1 g~0.2 g 硝酸钾)

5.3.4 样品的干燥

取少量混匀、研细的试样置于干燥、清洁的表面皿中, 于 100 ℃干燥箱中干燥 30 min, 取出, 放在干燥器中备用。

5.3.5 分析步骤

将少量干燥、严细的试样装入清洁、干燥、一端封口的毛细管中。取一高约 800 mm、直径 10 mm 的干燥玻璃管直立于玻璃板上，将装有试样的毛细管经玻璃管投掷 8~10 次，直至毛细管内试样紧缩至 3 mm~4 mm 高，再将开口一端封熔。圆底烧瓶中注入其体积四分之三的传热液体。测量温度计插入试管内的传热液体中，并使温度计的中间泡也浸没于传热液体中，温度计不得碰及管底。按图 1 安装好熔点测定仪。

加热，使传热液体温度缓缓上升至熔点前10℃时，将装有试样的毛细管通过锥形导管插入试管内，并附着于温度计水银球中部。继续加热，调节加热器，使温度上升速度为0.8℃/min~1.0℃/min。观察毛细管中试样融化情况，当试样开始出现明显的局部液化现象时的温度为干品初熔点。

5.3.6 结果计算

若测定中使用的是局浸式温度计,干品初熔点 $t = t_1 + \Delta t$ (校正值);

若测定中使用的是全浸式温度计,干品初熔点 t 按式(1)、式(2)和式(3)计算:

式中：

t ——干品初熔点,单位为摄氏度(°C);

Δt_1 ——温度计露出液面至塞口处的水银柱校正值,单位为摄氏度(℃);

Δt_2 ——温度计露出塞外的水银柱校正值,单位为摄氏度(℃);

Δt_3 ——温度计的示值校正值,单位为摄氏度(°C);

t_1 ——观测温度,单位为摄氏度(°C);

t_s ——试管内液面至塞口的中间外温度¹⁾, 单位为摄氏度(°C);

t_0 ——塞外水银柱中部周围空气温度(以辅助温度计测定);

——温度计露出液面至塞口外的水银柱高度(以温度计的度数表示之):

h_0 ——塞外水银柱高度(以温度计的度数表示之);

0.00016——水银在玻璃中的膨胀系数

计算结果表示到小数点后两位

允许差,两次平行测定之差不大于 0.3°C , 取其算术平均值作为测定结果。

注：所用温度计允许使用符合国家计量检定规程经过检定，其精度和条件达到上述水平的其他类型毛细柱法测初熔点的先进仪器，但在仲裁时以目测法为准。

5.4 菌酿纯度的测定

5.4.1 化学法

5.4.1.1 方法原理

用硫酸在 80 ℃下处理样品，使试样溶解。其中杂质由于碘化、水解等作用稀释后溶于水中，而蒽醌在稀释后又析出结晶，将其过滤后升华，即可根据试样量及升华前后的质量差得出蒽醌含量。

1) 试管内液面至塞口的中间处温度用辅助温度计测定。试样熔点测定完毕，立即将温度计插入试管内液面至塞口之间的中间位置，测定这一温度场的平均温度。

5. 4. 1. 2 试剂和溶液

- 5.4.1.2.1 硫酸:应符合 GB/T 534 的规定;
 - 5.4.1.2.2 氢氧化钠溶液:10 g/L;
 - 5.4.1.2.3 亚硫酸氢钠溶液:80 g/L;
 - 5.4.1.2.4 质量分数为 100% 的硫酸溶液:配制方法按附录 A 进行;
 - 5.4.1.2.5 盐酸溶液: $c(HCl)=0.2\text{ mol/L}$ 。

5.4.1.3 仪器

- 5.4.1.3.1 细孔瓷坩埚(古氏坩埚):30 mL;
5.4.1.3.2 滤纸:中速定量滤纸;
5.4.1.3.3 灰皿或瓷坩埚:15 mL~20 mL。

5. 4. 1. 4 测定步骤

称取研细的蒽醌试样约1g(精确至0.0002g),置于500mL的烧杯中,在不断摇动下加入质量分数为100%的硫酸溶液30g(20℃时为16.4mL),盖上表面皿,于80℃水浴上加热30min。稍冷,取下表面皿,在摇动下向此溶液中逐滴加入热水,应在5min内[蒽醌纯度低于97%(质量分数)的应在15min内]加入约15mL。在发热的同时蒽醌析出,然后继续加入热水至约300mL,在80℃水浴上放置约20min。用铺有双层定量滤纸的30mL细孔瓷坩埚过滤。根据样品中是否含有菲醌杂质,分别采用不同方法洗涤。过滤和洗涤时可用水泵轻轻抽吸。

菲醌的定性检验方法:把1g试样同亚硫酸氢钠溶液300mL混在一起加热至约80℃过滤,当用盐酸酸化滤液时如为淡黄色说明有菲醌。

试样不含菲醌时的洗涤方法:用热水 100 mL、热氢氧化钠溶液 200 mL、热水 50 mL、热盐酸溶液 100 mL 和热水 200 mL(均为 80 ℃以上),分别依次洗涤沉淀,至最后滤液为中性。

试样含菲醌时的洗涤方法:用热水 100 mL、热亚硫酸氢钠溶液 300 mL、热水 100 mL、热氢氧化钠溶液 200 mL 和热水 50 mL(均为 80 ℃以上),分别依次洗涤沉淀,至最后滤液为中性。

将细孔瓷坩埚连同沉淀放在 100 ℃~105 ℃ 的烘箱中烘至恒量，称量（精确至 0.000 2 g）。

用一不锈钢勺将细孔瓷坩埚中的沉淀刮入一个已在 200 ℃恒量的灰皿或瓷坩埚中。将灰皿连同沉淀放在电炉上，于通风柜内升华。保持电炉表面温度(200±20)℃，待升华物质停止逸出时，移至干燥器内冷却至室温，称量(精确至 0.000 2 g)。

注：允许在正常生产时，每月测定一次 200 °C 不升华物含量，每日测定时此值为常数使用。

5.4.1.5 结果计算

蒽醌纯度以质量分数 w_1 计,按式(4)或式(5)计算:

式中：

m_1 ——升华前沉淀的质量,单位为克(g);

m_2 ——升华后残渣的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g);

w_2 ——不升华物质的质量分数, %。

不升华物质以质量分数 w_2 计, 按式(6)计算:

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.2 气相色谱法(仲裁法)

5.4.2.1 方法原理

采用气相色谱法，在毛细管色谱柱上，经氢火焰检测器检测，用峰面积归一化法测定蔥醣纯度。

5.4.2.2 试剂

三氯甲烷。

5.4.2.3 仪器设备

5.4.2.3.1 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 的规定;

5.4.2.3.2 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);

5.4.2.3.3 记录仪:满量程 10 mV,响应时间 1 s 或满足要求的数据处理机、积分仪;

5.4.2.3.4 微量注射器；

5.4.2.3.5 色谱柱:柱长 30 m;内径 0.32 mm;膜厚 0.25 μm ,固定相为(5%苯基)95%二甲基聚硅氧烷或同等条件的毛细色谱柱,如 HP-5 等。

5.4.2.4 色谱操作条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数(见表 2)已被证明对测试是合适的。可根据不同仪器,选择最佳操作条件或色谱柱。

表 2 气相色谱操作条件

| 控制参数 | 操作条件 |
|-------------------|---|
| 色谱柱 ^{a)} | 毛细管柱 |
| 进样口温度/℃ | 300 |
| 检测器温度/℃ | 300 |
| 流量/mL/min) | 1.0 |
| 燃烧气流量(mL/min) | 30 |
| 助燃气流量(mL/min) | 300 |
| 分流比 | 10 : 1 |
| 进样体积/ μ L | 1.0 |
| 柱温程序 | 初始柱温 100 ℃,保持 0.5 min,然后以 20 ℃/min 的速率升温至 180 ℃,保持 1 min,然后以 5 ℃/min 的速率升温至 280 ℃,保持 100 min。 |

5.4.2.5 测定步骤

称取茜醌试样约0.1g(精确至0.01g),于25mL棕色容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度。

(试样应现用现配)。待仪器运行稳定后,用微量注射器,进样 $1.0 \mu\text{L}$,待出峰完毕后,用数据处理机或色谱工作站进行结果处理。

5.4.2.6 结果计算

葱醣纯度以 w_3 计, 按式(7)计算:

式中：

A_i ——试样中各组分 i 的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分 i 的峰面积之和；

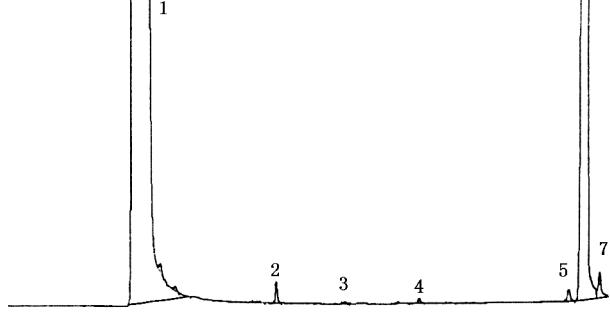
w_4 ——葱醌灰分的质量分数；

w_5 —— 葱醜加热減量的质量分数。

计算结果表示到小数点后两位。

2.7. 仓库类

已清小窓白堦首 - 10



说明：

1——溶剂；

2——未知物；

3——未知物；

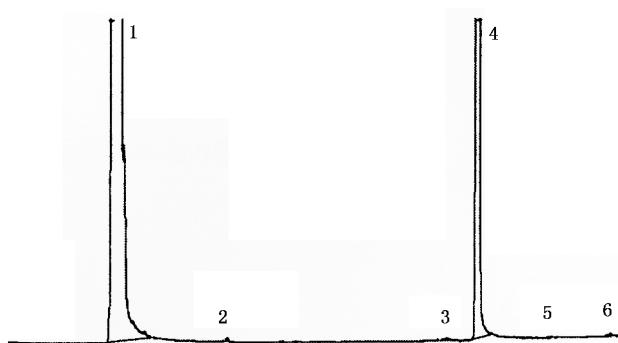
4——9-芴酮；

5——未知物；

6——蔥醂；

7——未知物。

图 2 氧化葱醌色谱示意图



说明：

- 1——溶剂；
- 2——未知物；
- 3——未知物；
- 4——葱醍；
- 5——未知物；
- 6——未知物。

图 3 合成葱醍色谱示意图

5.5 灰分的测定

按 GB/T 7531—2008 中的有关规定进行。

称样量为 2 g(精确至 0.000 2 g), 焚烧温度(650 ± 25) $^{\circ}\text{C}$ 。

5.6 加热减量的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.2 的规定进行。

称样量为 2 g(精确至 0.000 2 g), 温度为 $105\ ^{\circ}\text{C} \pm 2\ ^{\circ}\text{C}$ 。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 所列的所有检验项目均为型式检验项目,除表 1 中 4~5 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,每个月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

葱醍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

的蔥醜均符合本标准的要求。

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,则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

蔥醜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) 生产许可证编号和标志;
- e) 净含量。

7.2 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。

7.3 包装

蔥醜用内衬塑料袋的麻袋(编制袋)或内衬塑料袋的铁桶包装,净含量 $50\text{ kg}\pm0.2\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

蔥醜在运输过程中应避免包装破损,搬运时轻搬轻放。

7.5 贮存

蔥醜应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内。

附录 A
(规范性附录)
100% (质量分数) 硫酸溶液的配制方法

A. 1 浓硫酸的配制方法

用密度计分别测定浓硫酸的密度,浓硫酸用密度范围为 $1.800 \text{ g/cm}^3 \sim 1.900 \text{ g/cm}^3$ 的密度计;发烟硫酸用密度范围为 $1.900 \text{ g/cm}^3 \sim 2.000 \text{ g/cm}^3$ 的密度计。

A. 2 浓硫酸及发烟硫酸含量的测定

按 GB/T 534 规定,采用中和法分别测定浓硫酸及发烟硫酸的总酸度(硫酸的质量分数)。

A. 3 发烟硫酸体积的计算

按式(A.1)计算 1 体积浓硫酸混合配制 100% (质量分数) 硫酸溶液时所需发烟硫酸的体积:

$$V = \frac{(100 - E)\rho_1}{(D - 100)\rho_2} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中:

V —— 所需发烟硫酸的体积,单位为毫升(mL);

E —— 浓硫酸中硫酸含量,%;

D —— 发烟硫酸的总酸度(质量分数),%

ρ_1 —— 浓硫酸的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

ρ_2 —— 发烟硫酸的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

A. 4 混配

根据式(A.1)按实际需要体积,将浓硫酸与发烟硫酸混合配制成 100% 硫酸。

A. 5 100% 硫酸溶液含量的测定与校正

按 GB/T 534 规定,采用中和法测定 100% 硫酸溶液的实际浓度,并调整至硫酸含量为 100%,密封保存(100% 硫酸 20 ℃ 时密度为 $1.830\ 5 \text{ g/cm}^3$)。