



中华人民共和国国家标准

GB/T 25783—2010

1,4-二氨基蒽醌隐色体

1,4-Diaminoanthraquinone leuco compound

2010-12-23 发布

2011-10-01 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:江苏亚邦染料股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:李春梅、刘丽。

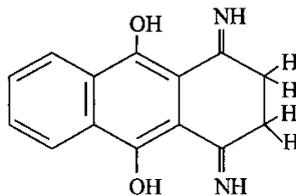
1,4-二氨基蒽醌隐色体

1 范围

本标准规定了1,4-二氨基蒽醌隐色体的要求、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1,4-二氨基蒽醌隐色体的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_{14}H_{12}N_2O_2$

相对分子质量：240.26(按2007年国际相对原子质量)

CAS RN:5327-72-0

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1:1982)

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 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008; 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 21876—2008 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 要求

1,4-二氨基蒽醌隐色体质量应符合表1的规定。

表1 1,4-二氨基蒽醌隐色体的质量要求

项 目	指 标
(1) 外观	黄棕色或墨绿色闪光结晶
(2) 1,4-二氨基蒽醌隐色体的质量分数(化学法)/%	≥ 95.00
(3) 1,4-二氨基蒽醌隐色体纯度(HPLC)/%	≥ 97.50
(4) 1-氨基-4-羟基蒽醌质量分数(HPLC)/%	≤ 1.00
(5) 1,4-二氨基蒽醌氧体质量分数(HPLC)/%	≤ 1.20

表 1 (续)

项 目	指 标
(6) 水分的质量分数/%	≤ 0.50
(7) 灰分的质量分数/%	≤ 0.50
(8) pH 值	7~9

4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定采样。所采产品的包装必须完好,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 500 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中,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

警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。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。

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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液,制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。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 1,4-二氨基蒽醌隐色体含量的测定(化学法)

5.3.1 试剂和溶液

- a) 硫酸;
- b) 连二亚硫酸钠;
- c) 氢氧化钠溶液:300 g/L;
- d) 硫酸标准滴定溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.2\text{ mol/L}$;
- e) 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.3\text{ mol/L}$;
- f) 甲基红-溴甲酚绿指示剂。

5.3.2 仪器与装置

- a) 电炉:1 000 W;
- b) 单口蒸馏烧瓶:1 000 mL;
- c) 蒸馏弯头;
- d) 冷凝管;
- e) 蒸馏接受器;
- f) 锥形瓶:500 mL。

5.3.3 分析步骤

称取已研细的试样 1 g(精确至 0.000 2 g),置于 1 000 mL 单口蒸馏烧瓶中,加 15 mL 硫酸,在电炉上微热,摇动,使物料充分溶解,冷却至室温,逐渐加入 450 mL 水稀释,摇匀。加 150 mL 氢氧化钠溶液,加 6 g 连二亚硫酸钠后,立即接上预先安装好的蒸馏吸收装置(吸收瓶预先加入 100 mL 硫酸标准滴

定溶液),控制温度,缓慢加热蒸馏。待蒸出 250 mL~300 mL 溶液为止(总体积 350 mL~400 mL)。在蒸出溶液中加入 5 滴甲基红-溴甲酚绿指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定,被滴定溶液由微红色变为浅绿色即为终点。

5.3.4 结果计算

1,4-二氨基蒽醌隐色体含量以质量分数 w_1 计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(c_1 V_1 - c_2 V_2) / 1\,000](M/2)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——用作吸收的硫酸标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——回滴时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

M ——1,4-二氨基蒽醌隐色体的摩尔质量数值,单位为克每摩尔 g/mol [$M(C_{14}H_{12}N_2O_2) = 240.26$];

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.5 允许差

含量两次平行测定结果之差不大于 0.5%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.4 1,4-二氨基蒽醌隐色体纯度及杂质含量的测定(HPLC)

5.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法,以甲醇和水作流动相,通过紫外检测器,用峰面积归一化法计算 1,4-二氨基蒽醌隐色体纯度及杂质的含量。

5.4.2 仪器设备

- a) 液相色谱仪:输液泵——流量范围(0.1~5.0)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分光检测器;
- b) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} ODS 5 μ m;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 微量注射器:(10~25) μ L,平头;
- e) 超声波发生器;
- f) 分析天平:感量±0.01 mg。

5.4.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 乙腈:色谱纯;
- c) 磷酸;
- d) 水:经 0.45 μ m 滤膜过滤。

5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相:甲醇、水与磷酸的体积比为 65:35:0.1;
- 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,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

5.4.5 溶液的制备

称取 1,4-二氨基蒽醌隐色体试样 5.0 mg,于 25 mL 容量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,于超声波发生器中震荡、充分溶解后备用(样品溶液应现用现配)。

5.4.6 分析步骤

开启色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器进试样溶液 5 μL,待最后一个组分流完(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

1,4-二氨基蒽醌隐色体的纯度及杂质含量以 w_i 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100 - w_{灰} - w_{水}) \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_i ——各有机组分 i 的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——各有机组分 i 的响应值之和;

$w_{灰}$ ——灰分含量的数值,以质量分数(%)计;

$w_{水}$ ——水分含量的数值,以质量分数(%)计。

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.8 允许差

1,4-二氨基蒽醌隐色体的纯度两次平行测定结果之差应不大于 0.5%,各有机杂质的含量两次平行测定结果之差应不大于 0.02%,取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱图

色谱图见图 1。

5.5 水分含量的测定

称样量为 3 g~5 g,烘箱温度为 100 °C~105 °C,其他按 GB/T 2386—2006 中 3.2 的规定进行。

允许差为 0.05%(质量分数)。

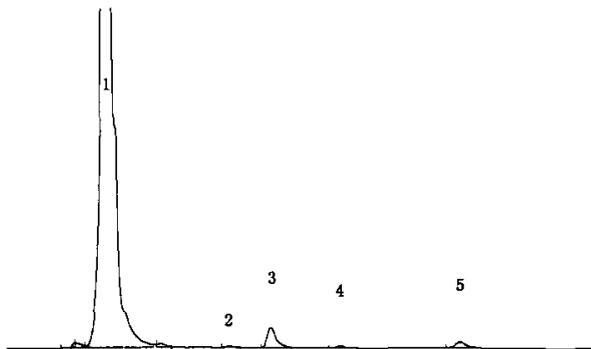
5.6 灰分含量的测定

称样量为 2 g,温度为 850 °C±25 °C,其他按 GB/T 21876—2008 的规定进行。

允许差为 0.05%(质量分数)。

5.7 pH 值的测定

称取样品 10 g(精确至 0.01 g),于 400 mL 烧杯中,加 150 mL 50 °C 的水,充分搅拌,抽滤。用广泛 pH 试纸(pH 范围 1~14)测定滤液的 pH 值。



- 1——1,4-二氨基蒽醌隐色体;
- 2——1-氨基-4-羟基蒽醌隐色体;
- 3——1,4-二氨基蒽醌;
- 4——未知物;
- 5——1-氨基-4-羟基蒽醌。

图 1 1,4-二氨基蒽醌隐色体液相色谱示意图

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第3章表1中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

1,4-二氨基蒽醌隐色体应由生产厂的质量检验部门检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的1,4-二氨基蒽醌隐色体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,则整批产品为不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

1,4-二氨基蒽醌隐色体的每个外包装上都应涂上牢固、清晰的标志,注明:产品名称、注册商标、产品生产许可证编号及标志(如适用)、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上,并和产品质量检验合格的证明一起粘贴在包装袋的外面。同时应附有产品质量检验合格的证明。

7.2 包装

1,4-二氨基蒽醌隐色体用内衬塑料袋的编织袋或纸塑复合袋包装,每袋净含量25 kg,其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时应轻取轻放,严防包装破裂,不得与其他物品混放,防止日晒、碰撞和雨淋。

7.4 贮存

贮存时应远离火源和火种,放置阴凉干燥通风处。
