



中华人民共和国国家标准

GB/T 25788—2010

C. I. 溶剂蓝 104

C. I. Solvent blue 104

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:宁波龙欣精细化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:刘晓梅、蒲爱军、黄兆龙、陈春飞、王晓永。

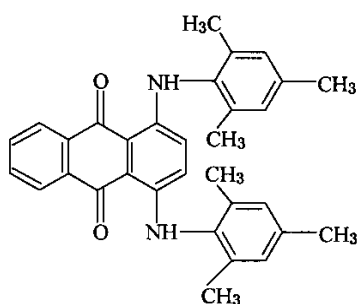
C. I. 溶剂蓝 104

1 范围

本标准规定了 C. I. 溶剂蓝 104 产品的要求、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 C. I. 溶剂蓝 104 的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_{32}H_{30}N_2O_2$

相对分子质量：474.59(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN:116-75-6

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002, neq ISO 6353-1:1982)

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 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 2383—2003 染料筛分细度的测定

GB/T 2386—2006 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法(ISO 6685:1982, IDT)

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 6688—2008 染料 色光和强度的测定 仪器法

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

- 3.1 外观:深蓝色均匀粉末。
- 3.2 C.I.溶剂蓝 104 的质量应符合表 1 的规定。

表 1 C.I.溶剂蓝 104 的质量要求

项 目	指 标
(1) 纯度/% ≥	98.50
(2) 色光(与标准品)	近似~微
(3) 强度(为标准品的)/分	100
(4) 灰分的质量分数/% ≤	0.20
(5) 铁离子的质量分数/(mg/kg) ≤	100
(6) 水分的质量分数/% ≤	0.30
(7) 甲苯不溶物的质量分数/% ≤	0.20
(8) 150 μm 标准筛残余物的质量分数/% ≤	2.50

4 采样

以批为单位采样,一次拼混均匀的产品为一批。每批采样桶数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。所采样产品的包装必须完好,采样时勿使外界杂质落入产品中,用探管从上、中、下三部分采样,所采样品总量不得少于 500 g。将采得的样品充分混匀后,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 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、GB/T 602 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 4.4.3 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 纯度测定(HPLC)

5.3.1 原理

采用反相高效液相色谱法,在 C₁₈柱上,以甲醇+水为流动相,分离 C.I.溶剂蓝 104 及其有机杂质,经紫外检测器检测,用峰面积归一化法测定 C.I.溶剂蓝 104 的纯度。

5.3.2 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紫外分光检测器;
- b) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 ODS C₁₈,粒径 5 μm;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 超声波发生器;
- e) 微量注射器:平头,25 μL。

5.3.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;

- b) 三氯甲烷;
- c) 水:经 0.45 μm 膜过滤。

5.3.4 色谱分析条件

- a) 流动相:甲醇与水的体积比为 95 : 5;
- b) 波长:254 nm;
- c) 流量:1.0 mL/min;
- d) 柱温:室温;
- e) 进样量:3 μL。

可根据仪器设备不同,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。

5.3.5 分析步骤

称取试样约 0.015 g(精确至 0.000 1 g)于 25 mL 容量瓶中,加三氯甲烷溶解并定容,置于超声波发生器充分溶解,取出摇匀备用。

待仪器运行稳定后,用微量注射器吸取试样溶液注入进样阀,待最后一个组分流出完毕(见图 1),进行结果处理。

5.3.6 结果计算

C. I. 溶剂蓝 104 的纯度以 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A——C. I. 溶剂蓝 104 的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和。

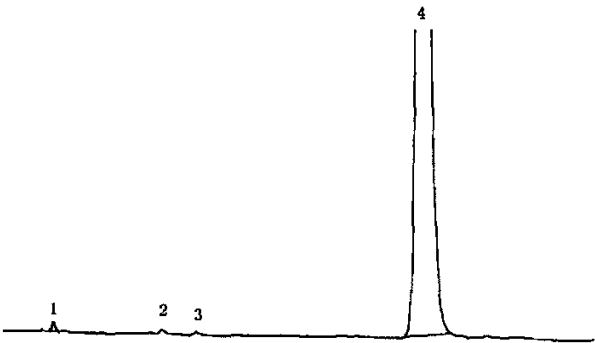
计算结果表示到小数点后两位。

5.3.7 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。

5.3.8 色谱图

见图 1。



- 1——溶剂;
- 2——未知物;
- 3——未知物;
- 4——C. I. 溶剂蓝 104。

图 1 C. I. 溶剂蓝 104 色谱示意图

5.4 色光和强度的测定

5.4.1 方法提要

根据制备 PS(聚苯乙烯)塑料色板来测强度和色光。

5.4.2 仪器和设备

- a) 分析天平;
- b) 注塑机;
- c) 测色仪。

5.4.3 试剂和材料

- a) PS 塑料粒子;
- b) 钛白粉;
- c) 纯白油;
- d) ABS(苯乙烯共聚树脂);
- e) PC(聚碳酸酯);
- f) PETP(聚酯)。

5.4.4 分析步骤

在称取约 0.125 0 g 试样(精确至 0.000 1 g),加入到装有 125 g PS(精确至 0.1 g)塑料粒子的塑料袋中,摇几下后加 0.140 0 g(精确至 0.000 1 g)钛白粉,摇几下,加 3 滴纯白油,摇匀。通过注塑机成型,取用最后三个(六片)色板,标准与试样同样操作。注塑板用测色仪测得与标准比较的强度和色光。

ABS(苯乙烯共聚树脂)、PC(聚碳酸酯)、PETP(聚酯)板可以同样操作,注塑温度分别为 230 ℃、280 ℃、290 ℃。

5.4.5 色光和强度的评定

按 GB/T 6688—2008 规定进行判断。

5.5 灰分的测定

在已恒量并称量的瓷坩埚中称约 2 g~3 g 的试样(精确至 0.000 1 g),放在电炉上灰化(加热至烟无色,冷却后加浓硫酸 0.5 mL,加热至无三氧化硫气体放出)。然后将坩埚放入马弗炉中(700 ℃±10 ℃)灼烧 2 h。取出,在石棉板上放置约 3 min,再移入干燥器中冷却到室温后称量。其他按 GB/T 21876—2008 中的规定进行。

两次平行测定结果之差应不大于 0.04%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.6 铁离子含量的测定

按 GB/T 3049—2006 的规定进行。

5.6.1 试样溶液的制备

取 5.5 试验后的试样,加入硝酸溶液 1 mL 和盐酸溶液 3 mL 溶解,蒸干,稍冷,用盐酸溶液 3 mL 分三次洗至 100 mL 容量瓶中,再用水洗,一并倒入容量瓶中。用盐酸溶液或氨水溶液调 pH=2 左右,顺序加入抗坏血酸溶液 1 mL,乙酸-乙酸钠缓冲溶液 20 mL,1,10-菲罗啉溶液 5 mL,用水定容。静置 15 min,备用。同时制备试样空白溶液。

5.6.2 分析步骤

用分光光度计分别测定标准色阶溶液和试样溶液的吸光度。并以标准铁离子浓度为横坐标,其相对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线,再根据标准曲线求出试样中铁离子的含量。

5.6.3 结果计算

试样中铁离子含量以质量分数 w_2 计,数值用毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0)Vf}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

ρ_1 ——从标准曲线中查得试样溶液中铁离子的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白溶液中铁离子的浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液最终定容体积的数值,单位为毫升(mL);

f ——试样的稀释倍数;

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.7 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 的 3.2“烘干法”规定进行。

两次平行测定结果之差应不大于 0.06% (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.8 甲苯不溶物的测定

按 GB/T 2381—2006 的规定进行。

准确称取约 2 g 试样(精确至 0.000 1 g)于烧杯 500 mL 中,加入 200 mL 甲苯,加热中不断搅拌,待完全溶解后用恒量并已称量的 G3 玻璃砂芯坩埚趁热过滤,过滤后将滤杯放入烘箱中,于 105 °C 烘 2 h,冷却后称量。

5.9 150 μm 标准筛残余物的测定

按 GB/T 2383—2003 的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章所有检验项目均为型式检验项目,其中 3.1 和 3.2 中(1)~(7)项为出厂检验项目,应逐批进行检验。在正常连续生产情况下,每年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

C. I. 溶剂蓝 104 应由质量检验部门根据本标准的要求检验合格,附合格证明后方可出厂。应保证所有出厂的 C. I. 溶剂蓝 104 产品均符合本标准的要求。

6.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时,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

C. I. 溶剂蓝 104 的每个包装桶上都应涂上牢固、清晰的标志,注明:产品名称、规格、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放入包装桶内的塑料袋外面。

7.2 包装

C. I. 溶剂蓝 104 装于内衬塑料袋的包装容器内,并加密封,每桶净含量 25 kg,其他包装可与用户协商确定。

7.3 运输

运输时应防止倒置,小心轻放,避免碰撞,切勿损坏包装。

7.4 贮存

C. I. 溶剂蓝 104 应贮存于阴凉,干燥通风处,防止受潮受热。
