



中华人民共和国国家标准

GB/T 23665—2009

1-氯蒽醌

1-Chloroanthraquinone

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
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:沈阳化工研究院。

本标准主要起草人:杨杰民。

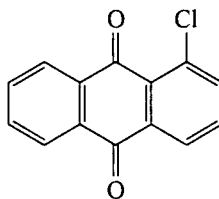
1-氯蒽醌

1 范围

本标准规定了 1-氯蒽醌的要求、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 1-氯蒽醌的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_{14}H_7ClO_2$

相对分子质量：242.66(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN:82-44-0

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 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

3 要求

1-氯蒽醌的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 1-氯蒽醌质量要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
外观	淡黄色粉末	
干品初熔点/℃	≥ 159.0	≥ 156.5
1-氯蒽醌纯度/%	≥ 99.00	≥ 98.50
汞的质量分数/(mg/kg)	≤ 0.50	≤ 1.00
水分的质量分数/%	≤ 0.50	≤ 1.00

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,用石蜡密封。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

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。

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

干品初熔点的测定按 GB/T 2384 规定的方法进行。干燥温度 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,干燥时间 2 h。

5.4 1-氯蒽醌纯度的测定(HPLC)

5.4.1 方法提要

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇和水为流动相,经紫外检测器(254 nm)检测,用峰面积归一化测定 1-氯蒽醌纯度。

5.4.2 仪器设备

a) 液相色谱仪:输液泵——流量范围 $0.1\text{ mL/min}\sim 5.0\text{ mL/min}$,在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$;

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 C_{18} ODS $5\text{ }\mu\text{m}$;

c) 色谱工作站或积分仪;

d) 微量注射器: $10\text{ }\mu\text{L}$,平头;

e) 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

a) 甲醇:色谱纯;

b) 水:经 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤。

5.4.4 色谱分析条件

a) 流动相:甲醇与水的体积比为 68 : 32;

b) 波长:254 nm;

c) 流量: 1 mL/min ;

d) 进样量: $5\text{ }\mu\text{L}$ 。

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进行脱气。

5.4.5 试样溶液的制备

称取试样约 0.015 g(精确至 0.000 2 g),加甲醇水溶液使之溶解,稀释至 50 mL 容量瓶中。

5.4.6 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取 $5\text{ }\mu\text{L}$ 试样溶液注入进样阀,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

1-氯蒽醌纯度以 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——1-氯蒽醌的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——1-氯蒽醌及各有机杂质的峰面积数值的总和。

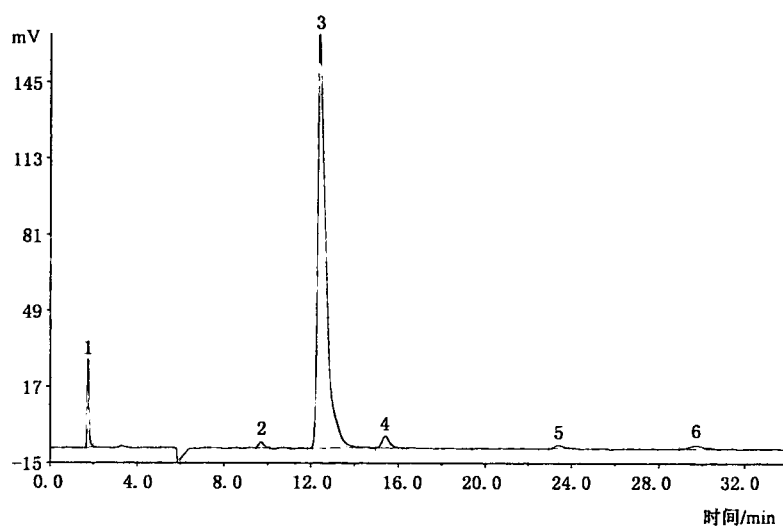
计算结果表示到小数点后两位。

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

色谱图见图 1。



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

图 1 1-氯蒽醌液相色谱示意图

5.5 汞的测定

5.5.1 原理

样品经混酸消解后制备成水溶液,再用原子吸收光谱仪测定该溶液中汞元素含量。

5.5.2 试剂和材料

- a) 硝酸;
- b) 高氯酸;
- c) 盐酸;
- d) 混酸:高氯酸与硝酸的体积比为 1:3;
- e) 重铬酸钾;
- f) 硫酸;
- g) 硼氢化钾;
- h) 氢氧化钠;
- i) 硫酸-重铬酸钾溶液:浓硫酸 30 mL 和 10 g/L 的重铬酸钾 50 mL,用水定容到 500 mL;
- j) 还原剂:称取 0.5 g 硼氢化钾,0.3 g 氢氧化钠(稳定剂)倒入塑料瓶中,加水 100 mL 溶解;

- k) 高纯氮气;
- l) 容量瓶:25 mL、50 mL、100 mL、200 mL、500 mL、1 000 mL;
- m) 移液管:0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL;
- n) 锥形瓶:150 mL;
- o) 汞元素的标准溶液:向法定(SI)计量单位购买汞元素的标准溶液,并需密封冷藏。

5.5.3 仪器和设备

- a) 原子吸收光谱仪:应配有氢化物装置;
- b) 加热器。

5.5.4 测定步骤

5.5.4.1 标准工作溶液制备

使用容量瓶、移液管,分别吸取1 mg/L的汞标准溶液1 mL、2 mL、4 mL,加入硫酸-重铬酸钾溶液50 mL,用水定容至100 mL,配成0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.04 mg/L的标准溶液。同时配成空白溶液。

5.5.4.2 试样的前处理

称取1-氯蒽醌试样1 g(精确至0.000 1 g),置于150 mL锥形瓶中,加入10 mL盐酸和10 mL硝酸,将锥形瓶放在加热器上缓慢加热,直至黄烟基本消失;稍冷后加入10 mL混酸,在加热器上大火加热,至试样完全消解而得到无色或微黄透明的溶液(有时需酌情补加混酸);稍冷后加入10 mL水,加热至沸并进而冒白烟,再保持数分钟以驱除残余的混酸,然后冷却到室温,把溶液转移至100 mL容量瓶中,加入硫酸-重铬酸钾溶液50 mL,用水稀释到刻度(若溶液出现浑浊、沉淀或机械性杂质,则务必过滤)。此试样溶液应尽快进行原子吸收光谱测定,如要保存,需密封冷藏。

同时按相同方法制备一空白溶液,测定时作为空白参比溶液。

5.5.4.3 测定

按原子吸收光谱仪的操作规程,将该仪器调至正常运行状态。执行由该仪器的操控电脑所发出的指令,按氢化物的测定方法,在253.7 nm波长下,绘制汞元素的标准工作曲线,测定空白参比溶液的吸光度,测定样品溶液的吸光度;将相关数据输入电脑,获取由电脑自动给出的列有样品中汞元素及其他数据的测定报告。

5.5.5 允许差

两次平行测定误差不大于0.1 mg/kg,取其算术平均值作为测定结果。

5.6 水分的测定

按GB/T 2386—2006中的3.2“烘干法”进行测定。

两次平行测定结果之差应不大于0.1%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准的第3章表1中的项目全部为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

1-氯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1-氯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

1-氯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

1-氯蒽醌用纸板桶或牛皮纸复合袋包装,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

运输中应防止暴晒、受潮和雨淋。

7.4 贮存

产品应贮存在干燥、通风的库房内,保存期为六个月。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

1-氯蒽醌

GB/T 23665—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 10 千字

2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

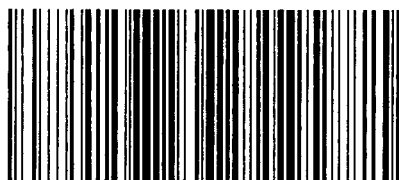
*

书号:155066·1-38161 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 23665-2009