



中华人民共和国国家标准

GB/T 25780—2010

GB/T 25780—2010

GB/T 25780—2010

5.5 水分含量的测定

称样量 3 g, 烘干温度 100 °C~105 °C。烘干时间为 4 h, 其他按 GB/T 2386—2006 中 3.2 的规定进行。
两次平行测定结果之差应不大于 0.05% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

5.6 灰分含量的测定

温度为 750 °C±25 °C, 其他按 GB/T 21876—2008 的规定进行。
两次平行测定结果之差应不大于 0.02% (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

本标准第 3 章表 1 所列的所有检验项目均为型式检验项目。其中表 1 中除(2)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

1-硝基蒽醌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-硝基蒽醌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-硝基蒽醌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-硝基蒽醌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

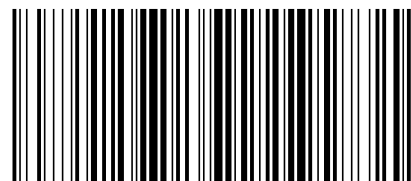
运输时应轻取轻放, 严防包装破裂, 不得与其他物品混放, 防止日晒、碰撞和雨淋。

7.4 贮存

贮存时应远离火源和火种, 放置阴凉干燥通风处。

1-硝基蒽醌

1-Nitroanthraquinone



GB/T 25780-2010

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-41820

定价: 14.00 元

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

- c) 流量:0.8 mL/min;
- d) 进样量:5 μL。

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

称取试样 15 mg(精确至 0.1 mg)于 25 mL 棕色容量瓶中,加乙腈溶解并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中震荡、充分溶解后备用。

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-硝基萘醌纯度及有机杂质含量以 w_i 计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100 - w_{灰} - w_{水}) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- A_i ——各组分 i 的峰面积数值;
- $\sum A_i$ ——各组分 i 的峰面积数值之和;
- $w_{灰}$ ——灰分含量的数值,以质量分数(%)表示;
- $w_{水}$ ——水分含量的数值,以质量分数(%)表示。

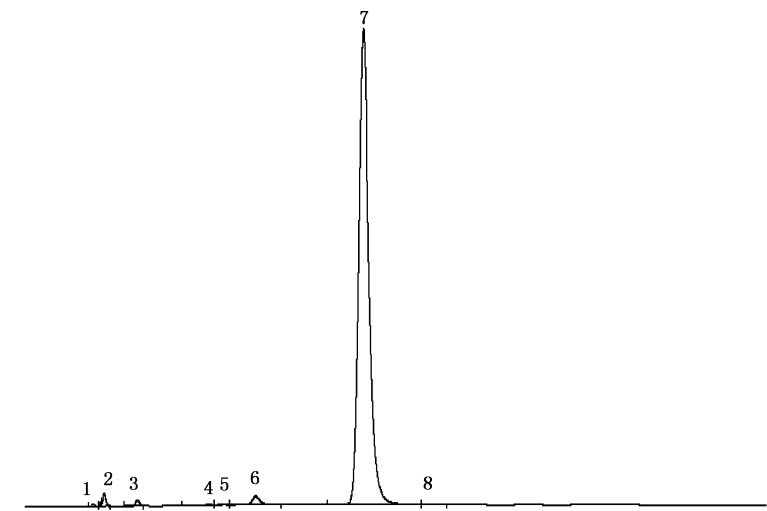
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.8 允许差

1-硝基萘醌两次平行测定结果之差应不大于 0.3%,有机杂质两次平行测定结果之差应不大于 0.1%,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——溶剂;
- 3——1,8-二硝基萘醌;
- 4——未知物;
- 5——1,5-二硝基萘醌;
- 6——未知物;
- 7——1-硝基萘醌;
- 8——萘醌。

图 1 1-硝基萘醌色谱示意图

中华人民共和国
国家标准
1-硝基萘醌
GB/T 25780—2010

*
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 0.5 字数 9 千字
2011 年 3 月第一版 2011 年 3 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-41820 定价 14.00 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

表 1 (续)

项 目	指 标	
	一等品	合格品
(6) 萘醌的质量分数/%	≤ 0.20	0.30
(7) 水分的质量分数/%	≤ 0.30	0.30
(8) 灰分的质量分数/%	≤ 0.20	0.50

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。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

按本标准的 5.5 烘干后,按 GB/T 2384—2007 的规定进行测定。

两次平行测定结果之差应不大于 0.1 °C,取其算术平均值作为测定结果。

5.4 1-硝基萘醌纯度及有机杂质含量的测定(HPLC)

5.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法,用峰面积归一化法计算 1-硝基萘醌纯度及有机杂质含量。

5.4.2 仪器设备

- 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;
- 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C₁₈ ODS 5 μm;
- 色谱工作站或积分仪;
- 微量注射器:(10~25)μL,平头;
- 超声波发生器;
- 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4.3 试剂和溶液

- 乙腈:色谱纯;
- 四氢呋喃:色谱纯;
- 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.4.4 色谱分析条件

- 流动相:乙腈、四氢呋喃与水的体积比为 45:10:45;
- 波长:254 nm;

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:刘丽、李春梅。