

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1788—2006

SN/T 1788—2006

靛茜的测定 萃取分光光度法

Determination of quinizarin—Extraction spectrophotometric method

中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
靛茜的测定 萃取分光光度法
SN/T 1788—2006

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzchs.com
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 9 千字
2006年8月第一版 2006年8月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-17108 定价 8.00 元



SN/T 1788-2006

2006-04-25 发布

2006-11-15 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准修改采用 IP298/92 (1998) (Determination of quinizarin-extraction spectrophotometric method)《醌茜的测定 萃取分光光度法》。与原标准仅存在编辑上的差别。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:梁美琼、梁妙玲、郑建国、关迪峰。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

附录 A
(资料性附录)
红油醌茜的测定

醌茜的测定 萃取分光光度法

依照 IP298 标准,对香港“红油”进行定量分析,结果如下:

A.1 醌茜标液的配制

称取 0.1 g(精确至 1 mg)经甲苯重结晶的醌茜溶于 100 mL 甲苯中,取 1 mL 该溶液用十氢化萘稀释至 100 mL(此为 A 溶液,含醌茜 10 mg/L)。

A.2 回收因子标液配制

吸 10 mL 溶液(A),加 40 mL 不含醌茜的柴油(此为 B 溶液,醌茜含量 2 mg/L)。

A.3 回收因子测定方法及结果

A.3.1 取 A 液分别在 521 nm、508 nm、487 nm、476 nm、461 nm 下用 724-1 型分光光度计测定其最大吸收波长,结果如表 A.1:

表 A.1

吸收波长(nm)	521	508	487	476	461
吸光度	0.248	0.273	0.354	0.341	0.317
结果	选用 521 nm 下测定醌茜含量				

A.3.2 吸 50 mL 溶液(B),萃取后回收到 10 mL 十氢化萘中,测其吸光度,结果如表 A.2:

表 A.2

样品号	1#	2#
吸光度	0.241	0.239

A.3.3 结果计算

回收因子 = A_1/A

1#: $R_f = 0.241/0.248 = 0.97$; 2#: $R_f = 0.239/0.248 = 0.96$

取其平均值, $R_f = 0.96$

醌茜含量 $m(\text{mg/L}) = 2A_2/AR_f$ (A_2 为 1#、2# 样品的吸光度)

1#: 醌茜含量 $m(\text{mg/L}) = \frac{0.241 \times 2}{0.248 \times 0.96} = 2.02$

2#: 醌茜含量 $m(\text{mg/L}) = \frac{0.239 \times 2}{0.248 \times 0.96} = 2.01$

平均: 醌茜含量 $m(\text{mg/L}) = 2.02$

回收率 = $\frac{2.02}{2.00} \times 100\% = 101\%$

A.4 重复性试验

各样品依 IP298-92(1998)方法萃取后,萃取液在 521 nm 下测定其吸光度,结果如表 A.3:

1 范围

本标准规定了标识柴油中醌茜的测定方法。

本标准适用于柴油中醌茜含量为 0.04 mg/L~3.00 mg/L 的测定。

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 4756 石油液体手工取样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

ASTM D4057 石油和石油产品手工取样方法

3 原理

醌茜在碱性萃取液中完全被分离和浓缩,然后用十氢化萘进行反萃取。采用分光光度计分别测定标准溶液和萃取液的吸光度,即可鉴别和测定醌茜含量。

4 试剂

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均使用符合现行标准的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的实验室用三级水。

4.1 盐酸($\rho = 1.18 \text{ g/mL}$)。

4.2 甲苯。

4.3 十氢化萘。

4.4 正丁醇。

4.5 石油溶剂油。

4.6 盐酸溶液(1+1)。

4.7 氢氧化钠溶液(50 g/L)。

4.8 醌茜标准样品:将 1,4-二羟基蒽醌试剂用甲苯(4.2)重结晶后,在 110℃ 下干燥 2 h。

4.9 醌茜标准溶液 A:称取 1 g(精确到 1 mg)醌茜标准样品(4.8)溶于甲苯中,定容到 1 L。取 10 mL 该溶液用十氢化萘(4.3)稀释,定容到 1 L,此溶液浓度为 10 mg/L。

4.10 醌茜标准溶液 B:吸取 10 mL 醌茜标准溶液 A(4.9)加入到 40 mL 不含醌茜的柴油中,此溶液浓度为 2 mg/L。

5 仪器

分光光度计。

6 取样

按 GB/T 4756 或 ASTM D4057 抽取样品,并将样品置于合适的密闭容器中保存。样品不能在塑料容器中保存。