



中华人民共和国国家标准

GB/T 23672—XXXX

代替 GB/T 23672-2019

2-乙基蒽醌

2-Ethylanthraquinone

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 23672—2009《2-乙基蒽醌》，与GB/T 23672—2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了产品的质量要求（见第4章，2009年版的第3章）；
- b) 更改了采样要求的表述及采样量（见第5章，2009年版的第4章）；
- c) 增加了允许差（见6.3.1）；
- d) 增加了毛细管熔点仪法及允许差（见6.3.2）；
- e) 更改了2-乙基蒽醌纯度的测定方法（见6.4，2009年版的5.4）；
- f) 更改了氯的测定方法（见6.8，2009年版本的5.8）；
- g) 更改了硫的测定方法（见6.9，2009年版本的5.9）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC134)归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件于2009年首次发布，本次为第一次修订。

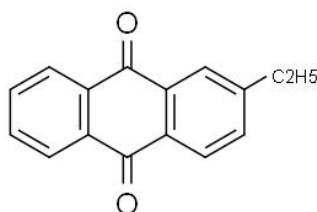
2-乙基蒽醌

1 范围

本文件描述了2-乙基蒽醌产品的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于2-乙基蒽醌产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₁₆H₁₂O₂

相对分子质量：236.27（按2022年国际相对原子质量）

CAS No.: 84-51-5

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- 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 2381—2013 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定
- GB/T 2384—2021 染料中间体 熔点范围测定通用方法
- GB/T 2386—2014 染料及染料中间体 水分的测定
- GB/T 6324.4—2008 有机化工产品试验方法 第4部分:有机液体化工产品微量硫的测定 微库仑法
- GB/T 6324.9—2016 有机化工产品试验方法 第9部分: 氯的测定（库伦法）
- 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
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判断

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

2-乙基蒽醌的质量要求应符合表1的规定。

表 1 2-乙基蒽醌的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法 章条号
		优等品	一等品	
1	外观	浅黄色片状或粉末		6.2
2	干品初熔点/℃	≥ 107.0	107.0	6.3
3	2-乙基蒽醌纯度/%	≥ 99.0	98.5	6.4
4	苯不溶物（质量分数）/%	≤ 0.05	0.10	6.5
5	水分（质量分数）/%	≤ 0.20	0.20	6.6
6	铁（质量分数）/（mg/kg）	≤ 5.0	5.0	6.7
7	总氯（质量分数）/（mg/kg）	≤ 30	50	6.8
8	总硫（质量分数）/（mg/kg）	≤ 5.0	10.0	6.9

5 采样

以批为单位采样，生产厂以均匀产品为一批。

每批采样数应符合GB/T 6678—2003中7.6的规定，所采产品的包装应完好。

采样时不应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，所采样品总量应不少于200g。

将采取的样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、避光及密封良好的容器中，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。

6 测试方法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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，并符合国家有关法规规定的条件。

6.1 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。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。

6.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 干品初熔点的测定

6.3.1 毛细管液浴法（仲裁法）

试样于80℃±5℃烘箱中干燥2 h，其他按GB/T 2384—2021中4.1的规定进行。

允许差：两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.2℃，取其算术平均值作为测定结果。

6.3.2 毛细管熔点仪法

试样于80℃±5℃烘箱中干燥2 h，其他按GB/T 2384—2021中4.2的规定进行。

允许差：两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.4℃，取其算术平均值作为测定结果。

6.4 2-乙基蒽醌纯度的测定

6.4.1 原理

采用高效反相液相色谱法，在C18色谱柱上，以甲醇和水为流动相，分离2-乙基蒽醌及各有机杂质组分，经紫外检测器（254nm）检测，用峰面积归一化法定量。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 液相色谱仪：输液泵-流量范围 0.1 mL/min~5.0mL/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。

6.4.2.2 色谱柱：250mm×4.6 mm的不锈钢柱，固定相为 C18 5 μm。

6.4.2.3 色谱工作站或积分仪。

6.4.2.4 微量注射器或自动进样器。

6.4.2.5 分析天平：精度为 0.1mg。

6.4.2.6 微孔过滤膜（水相），孔径为 0.45 μm。

6.4.2.7 针式过滤器，孔径为 0.45 μm。

6.4.2.8 超声波发生器。

6.4.2.9 试剂和溶液

6.4.2.10 甲醇：色谱纯。

6.4.2.11 水：经微孔过滤膜（水相）过滤。

6.4.2.12 色谱分析条件

6.4.2.13 流动相：甲醇与水的体积比=80：20。

6.4.2.14 检测波长：254nm。

6.4.2.15 流量：1.0mL/min。

6.4.2.16 柱温：30℃。

6.4.2.17 进样量：5 μL。

6.4.3 试样溶液的制备

称取试样约 0.025g(精确至 0.0002g)于 25mL 容量瓶中，加甲醇溶解，并稀释至刻度，混合均匀，于超声波发生器中振荡、充分溶解，冷却至室温，进样前用针式过滤器过滤。

6.4.4 测定步骤

可根据不同仪器设备，选择最佳分析条件，流动相摇匀后应用超声波发生器进行脱气。开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，用微量注射器或自动进样器吸取试样溶液注入进样阀中，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。

6.4.5 结果计算

2-乙基蒽醌纯度以 w_1 计，按公式（1）计算：

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

式中：

A ——试样溶液中2-乙基蒽醌的峰面积数值；

$\sum A_i$ ——试样溶液中2-乙基蒽醌及各有机杂质的峰面积数值之和。

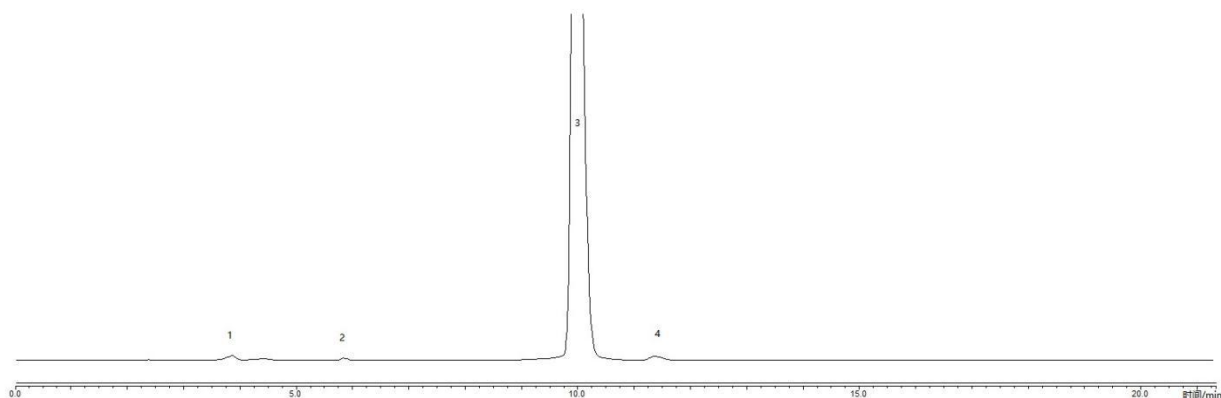
计算结果保留到小数点后两位。

6.4.6 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.20%，取其算术平均值作为测定结果。

6.4.7 色谱示意图

色谱示意图如图1所示。



标引序号说明：

1、2、4——未知物；

3——2-乙基蒽醌。

6.5 苯不溶物的测定

6.5.1 原理

试样经脂肪提取器回流然后烘干称量，根据试样质量得减少计算苯不溶物的含量。

6.5.2 仪器设备

6.5.2.1 溶剂萃取器（又称脂肪抽提器），必要时带冷冻循环装置。

6.5.2.2 抽提纸筒：用纤维素制成。

6.5.3 试剂

苯。

6.5.4 测定步骤

称取试样5.0 g(精确至0.0002g), 置于已恒量的抽提纸筒中, 安装在内有250 mL苯的脂肪抽提器中, 回流2.5 h取出, 将抽提纸筒置于100 ℃~105 ℃烘箱中, 2 h后称量。

6.5.5 结果计算

苯不溶物含量以质量分数 w_2 计, 按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——抽提纸筒质量的数值, 单位为克(g);

m_2 ——抽提纸筒与苯不溶物总质量的数值, 单位为克(g);

m ——试样质量的数值, 单位为克(g)。

6.5.6 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.02%(质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

6.6 水分的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.2 “烘干法”规定进行。

称取试样质量约为 2 g(精确至 0.0002g), 恒量温度为 80℃, 时间为 30 min。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05% (质量分数), 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.7 铁含量的测定

6.7.1 原理

用抗坏血酸将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子, 在pH=2~9时, 二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物, 在分光光度计最大吸收波长(510nm)处测定其吸光度。

6.7.2 仪器

6.7.2.1 分光光度计。带有光程 5 cm 的比色皿。

6.7.2.2 高温电炉: 800℃±25℃。

6.7.2.3 试剂和溶液

6.7.2.4 盐酸溶液: 1+6(体积比)

6.7.2.5 氨水溶液: 1+1(体积比)

6.7.2.6 抗坏血酸溶液: 2g/L;

6.7.2.7 乙酸—乙酸钠缓冲溶液: pH=4.5;

6.7.2.8 邻菲罗啉溶液: 2 g/L, 该溶液避光保存, 仅能使用无色溶液。

6.7.3 标准溶液的制备

6.7.3.1 铁标准储备溶液: (C=0.1mg/mL)

准确称取0.702g（精确至0.0002g）硫酸亚铁铵，溶于含有0.5mL硫酸的水中，移入1000mL容量瓶中，稀释至刻度摇匀备用（A液）。

6.7.3.2 铁标准使用溶液：（C=0.005mg/mL）

准确吸取5 mL标准溶液A液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀备用。此溶液现用现配（B液）。

6.7.3.3 标准曲线的绘制

分别移取1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5mL铁标准溶液(0.005mg/mL)于100mL烧杯中，加水至约50 mL，用盐酸溶液调其pH值约为2，移入100mL容量瓶中，加入2.5 mL抗坏血酸溶液，10 mL缓冲溶液，5 mL邻菲罗啉溶液，用水清洗烧杯，稀释至刻度，摇匀放置15min，同时做空白。

用5cm比色皿，在波长510nm处，测定溶液吸光度，以铁含量(mg)为横坐标，与其对应的吸光度减去空白试液的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

6.7.4 测定步骤

准确称取10.0 g试样（精确至0.0002 g）置于瓷坩埚中，在电炉上炭化，然后移入高温电炉中在800 °C±25 °C灼烧2 h，将灰化的残渣取出冷却至室温，加1 mL盐酸溶液溶解，可适当加热，然后移入100mL烧杯中，用热水洗涤瓷坩埚，至液位小于40 mL，用盐酸溶液将pH调至约为2，转移至100 mL容量瓶中，加入3mL铁标准溶液(0.005mg/mL)，加2.5 mL抗坏血酸溶液、10 mL乙酸—乙酸钠缓冲溶液（pH=4.5），5 mL邻菲罗啉溶液，稀释至刻度摇匀，放置15 min。空白测定以1 mL（1+6）盐酸加40mL水，加入3mL铁标准溶液(0.005mg/mL)，其后与试样同步。用5 cm比色皿，在波长510 nm处，测定溶液吸光度。

6.7.5 结果计算

铁含量以质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{cV}{m \times \frac{V_1}{V_2} \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots (3)$$

式中：

c —铁标准溶液的浓度的数值，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V —加入的已知铁含量标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m —试样的质量数值，单位为克(g)；

V_1 —10mL移液管的准确数值，单位为毫升(mL)

V_2 —100mL容量瓶的准确数值，单位为毫升(mL)。

6.7.6 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于两次测定结果算术平均值的10%，取其算术平均值作为测定结果。

6.8 全氯的测定

按GB/T 6324.9—2016的规定进行测定。

6.9 全硫的测定

按GB/T 6324.4-2008中3库伦法的规定进行测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

表1中所列的检验项目均为型式检验项目。其中除（4）、（6）项外，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，每季度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3个月后又恢复生产时；
- e) 客户提出要求时。

7.2 出厂检验

产品应由生产厂的质量检验部门进行检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的产品均符合本文件的要求。

7.3 复检

检验结果中有一项指标不符合本文件的规定时，应重新自两倍量的包装中取样进行复检，复检的结果有一项指标不符合本文件的要求，整批产品判定为不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品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。

8.2 标签

产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、本文件编号、批号和等级。

8.3 包装

产品用内衬塑料袋的编织袋或铁桶。包装规格为净含量 $25\text{kg}\pm 0.25\text{kg}$ 或 $50\text{kg}\pm 0.5\text{kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

8.4 运输

产品运输时防止暴晒、碰撞和雨淋。搬运中需小心轻放，避免重压。

8.5 贮存

产品应贮存于阴凉干燥并具有良好通风的库房内。
