

ICS 71. 100. 01;87. 060. 10

G 56

备案号:30214—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4162—2010

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌

1,4-Diamino-2,3-dicyanthraquinone

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》进行编制。

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这些专利的责任。

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/TC134)归口。

本标准起草单位：常州市临江化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：刘丽、李春梅。

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌

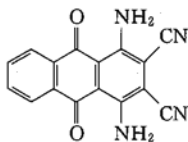
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输及贮存。

本标准适用于 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_{16}H_8N_4O_2$

相对分子质量: 288.26 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 81-41-4

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 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(mod ISO 3696:1987)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌的质量要求应符合表 1 的规定。

4 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,所采样品的包装必须完好,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,另一个保存备查。

表 1 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌的质量要求

项 目	指 标
(1)外观	蓝色粉末
(2)1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌的纯度/%	≥ 95.00
(3)1,4-二氨基蒽醌的质量分数/%	≤ 1.50
(4)1,4-二氨基-2,3-二磺酸蒽醌的质量分数/%	≤ 0.50
(5)水分的质量分数/%	≤ 1.00

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—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 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌纯度及其有机杂质含量的测定

5.3.1 方法原理

采用高效液相色谱法分离 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌及其有机杂质,用峰面积归一化法计算 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌纯度及其有机杂质含量。

5.3.2 仪器设备

- 液相色谱仪:输液泵-流量范围 0.1 mL/min~5.0 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 C_{18} ODS $5\mu\text{m}$;
- 色谱工作站或积分仪;
- 平头微量注射器:25 μL ;
- 超声波发生器;
- 分析天平:感量 $\pm 0.1\text{ mg}$ 。

5.3.3 试剂和溶液

- 乙腈:色谱纯;
- N,N -二甲基甲酰胺;
- 十六烷基三甲基溴化铵溶液:0.5 g/L;
- 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.3.4 色谱操作条件

- 流动相:乙腈与十六烷基三甲基溴化铵溶液的体积比=55:45;
- 波长:254 nm;
- 流量:1.0 mL/min;
- 进样量:5 μL 。

可根据不同仪器设备,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 试样溶液的制备

称取 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌试样 5.0 mg(精确至 0.1 mg)于 25 mL 棕色容量瓶中,用 N,N -二甲基甲酰胺稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中振荡溶解备用(样品溶液应现用现配)。

5.3.6 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器进试样溶液 5 μL ,待最后一个组分流出现完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.3.7 结果计算

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌纯度及有机杂质含量以 w_i 计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

A_i ——试样中 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌及各有机杂质的峰面积数值之和。

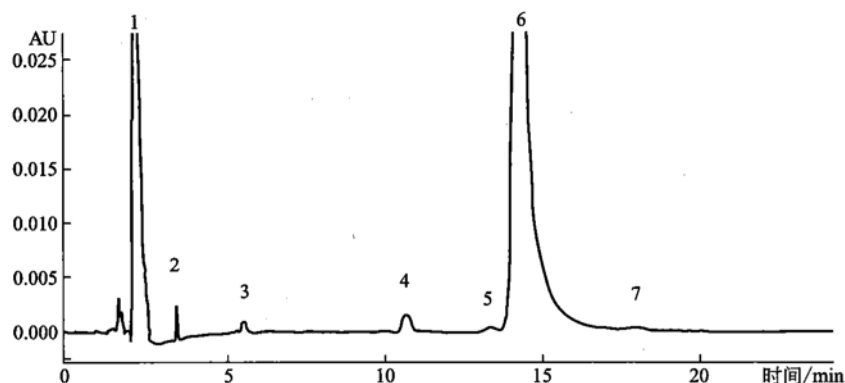
计算结果表示到小数点后两位。

5.3.8 允许差

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌纯度两次平行测定结果之差应不大于 0.50%,有机杂质含量两次平行测定结果之差应不大于 0.02%,取其算术平均值作为测定结果。

5.3.9 色谱图

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌的液相色谱图见图 1。



- 1——溶剂;
- 2——1,4-二氨基蒽醌;
- 3——未知峰;
- 4——1,4-二氨基-2-磺酸-3-氰基蒽醌;
- 5——1,4-二氨基-2,3-二羟基蒽醌;
- 6——1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌;
- 7——1,4-二氨基-2,3-二磺酸蒽醌。

图 1 1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌液相色谱示意图

5.4 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.2“烘干法”的规定进行。烘干温度 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$,称取试样 2 g。

水分含量两次平行测定结果之差应不大于 0.10%(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 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

1,4-二氨基-2,3-二氰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 1,4-二氨基-2,3-二氰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,则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志、标签

7.1.1 标志

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌的每个包装上都应涂印耐久、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

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌应装于内衬塑料袋的铁桶中,每桶净含量 40 kg \pm 0.2 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,防止日晒、碰撞和雨淋,切勿损坏包装。

7.4 贮存

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌应贮存于阴凉、干燥、通风处,防止受潮、受热。在上述贮运条件下产品自生产之日起,有效存贮期为两年。

中华人民共和国

化工行业标准

1,4-二氨基-2,3-二氰基蒽醌

HG/T 4162—2010

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数9千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0943

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究