

CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

## 2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌

2-(4-methyl-3-pentenyl) anthraquinone

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国石油和化学工业联合会 发布

## 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。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：山东门捷新材料股份有限公司、扬州新良新材料科技有限公司中、海油天津化工研究设计院有限公司、大柴旦中环联生物科技有限公司。

本文件主要起草人：

## 2-(4-甲基-3-戊烯基)蒽醌

### 1 范围

本文件规定了 2-(4-甲基-3-戊烯基)蒽醌的要求、试验方法、检验规则、标态、包装、运输和贮存。

本文件适用于 2-(4-甲基-3-戊烯基)蒽醌。主要用作生产过氧化氢、染料中间体、光固化树脂的催化剂，以及光降解膜、涂料进行光敏聚合的引发剂。

### 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—2008 包装储运图示标志

GB/T 2384 染料中间体 熔点范围的测定通用方法

GB/T 2386—2014 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定的通用方法

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定的通用方法

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

### 3 术语和定义

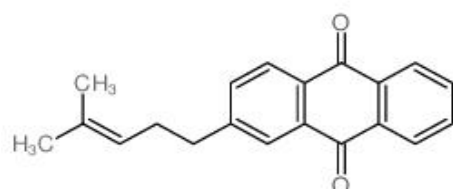
本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 分子式、相对分子质量和结构式

分子式：C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>

相对分子质量：290.36（按 2018 年国际相对原子质量）

结构式：



5 要求

- 5.1 外观：浅黄色固体或粉末。
- 5.2 2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌 w/%	≥ 98.5	98.0
熔点/℃	86~90	86~90
苯不溶物 w/%	≤ 0.05	0.10
干燥减量 w/%	≤ 0.2	0.2
铁 w/%	≤ 0.000 5	0.001
氯化物（以 Cl 计） w/%	≤ 0.001	0.004
硫酸盐（以 SO <sub>4</sub> 计） w/%	≤ 0.001	0.002

6 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有危险性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下，2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌含量的测定

6.3.1 原理

试样用乙腈溶解，高效液相色谱仪测定（面积归一法）。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 乙腈：优级纯试剂

6.3.2.2 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

6.3.3 仪器设备

6.3.3.1 二元泵高效液相色谱仪，可变波长紫外检测器。

6.3.3.2 超声波脱气装置。

6.3.4 试验步骤

6.3.4.1 液相色谱操作条件

可根据仪器特点对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果，液相色谱推荐的操作条件见表2。

表2

色谱柱	C18 Shim-Pack CLC-ODS 150*6.0/5u	
进样体积	10 uL	
流动相	A: 水	
	B: 乙腈	
柱温	40 °C	
检测波长	254 nm	
保留时间	20 min	
流速	1.5 mL/min	
梯度洗脱条件	样品进样后 (min)	B 相 (%)
	0.0	60
	10.0	75
	15.0	90
	20.0	90

2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌典型液相色谱图见图 1。

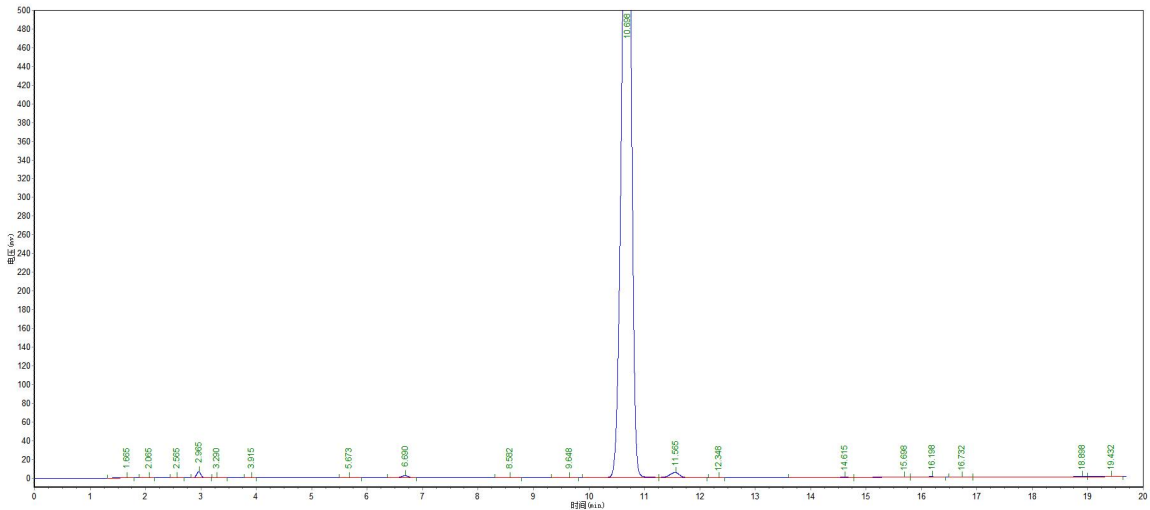


图 1 2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌色谱图

6.3.4.2 测定

- a) 试样溶液的配制：称取约 0.025 g 试样，精确至 0.000 2 g，溶解后转移到 50mL 的容量瓶中，用乙腈（HPLC）溶解，定容至 50 mL 摇匀 0.45 um 滤膜过滤。
- b) 测定：对液相色谱仪进行正确设置操作条件，当液相色谱仪达到设定的操作条件并稳定，即可开始进行测定。用微量注射器，取约 5 uL 的试样并注入仪器中进行测定，色谱站直接得出数据或积分仪进行结果处理。

6.3.5 试验结果处理

2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌含量以 2-(4-甲基-3-戊烯基) 蒽醌质量分数  $w_1$  计，按公式（1）计算：

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

式中：

A——2-(4-甲基-3-戊烯基)蒽醌的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——组分*i*的峰面积数值之和。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

6.4 熔点的测定

试样在 80 °C±5 °C温度下烘干 2 h, 按 GB/T 2384 规定的方法进行测定。

6.5 苯不溶物含量的测定

6.5.1 原理

将试样经脂肪提取器回流然后烘干称量, 根据试样质量的减少计算苯不溶物含量。

6.5.2 试剂或材料

苯。

6.5.3 仪器设备

6.5.3.1 脂肪提取器 250 mL。

6.5.3.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 100 °C±2 °C。

6.5.4 试验步骤

称取 1.0 g 试样, 精确至 0.0002 g, 置于已于 100 °C±5 °C烘至质量恒定的滤纸桶中, 安装在内有 250 mL 苯的脂肪提取器中, 回流 2.5 h 取出, 将滤纸桶放入电热恒温干燥箱中, 在 100 °C±2 °C下烘干 2 h 后, 置于干燥器中防止 30 min, 称重。

6.5.5 试验结果处理

苯不溶物含量以质量分数  $w_2$  计, 按公式 (2) 计算:

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

式中:

$m_1$ ——滤纸桶质量的数值, 单位为克 (g);

$m_2$ ——滤纸桶与苯不溶物质量的数值, 单位为克 (g);

$m$ ——试样质量的数值, 单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01 %。

6.6 干燥减量的测定

称取约 2.0 g 试样, 精确至 0.0002 g, 烘干温度为 80 °C, 时间为 30 min, 其他按 GB/T 2386—2006 中第 3.2 条的规定进行测定。

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 pH2~9 时, 二价铁离子可与邻菲罗啉生

成橙红色络合物与标准铁色价目视比较。

## 6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 硫酸亚铁铵。

6.7.2.2 硝酸溶液：1+9。

6.7.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（ $\text{pH} \approx 4.5$ ）。

6.7.2.4 铁标准溶液：1 mL 铁（Fe）0.01 mg，移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁（Fe）标准溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.2.5 抗坏血酸溶液（2 g/L）。

6.7.2.6 邻菲罗啉溶液（0.2 g/L）。

## 6.7.3 仪器设备

6.7.3.1 比色管：25 mL。

6.7.3.2 移液管：1 mL、5 mL、10 mL。

6.7.3.3 瓷坩埚：30 mL。

6.7.3.4 高温炉：温度能控制在  $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

## 6.7.4 试验步骤

准确称取 5.0 g 试样，精确至 0.0002 g，置于 30 mL 瓷坩埚中，在电炉上炭化，然后移入高温炉中在  $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧 4 h，将灰化的残渣取出冷却至室温，加 1 mL 硝酸溶液溶解，然后全部转移至 100 mL 容量瓶中，用热水洗涤瓷坩埚，用水稀释至刻度，摇匀，用移液管移取 10 mL 试验溶液，置于 25 mL 比色管中，加 1 mL 抗坏血酸溶液（2 g/L）、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（ $\text{pH} \approx 4.5$ ）、1 mL 邻菲罗啉溶液（0.2 g/L），稀释至刻度，摇匀，放置 15 min。试验溶液所呈颜色深于标准比色溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

标准比色溶液是按要求移取铁标准溶液（优等品 0.25 mL，一等品 0.50 mL），置于 25 mL 比色管中，加 1 mL 抗坏血酸溶液（2 g/L）、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（ $\text{pH} \approx 4.5$ ），1 mL 邻菲罗啉溶液（0.2 g/L），稀释至刻度，摇匀。

## 6.8 氯化物含量的测定

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.0002 g，置于 30 mL 瓷坩埚中，在电炉上慢慢炭化，然后在  $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  高温炉中在灼烧 0.5 h，取出冷却至室温，其他按 GB/T 9729 中的规定进行测定。

## 6.9 硫酸盐含量的测定

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.0002 g，置于 30 mL 瓷坩埚中，在电炉上慢慢炭化，然后在  $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  高温炉中在灼烧 0.5 h，取出冷却至室温，其他按 GB/T 9728 中的规定进行测定。

## 7 检验规则

7.1 本文件第4章规定的全部项目为出厂检验项目。

7.2 原材料、生产工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批次为一批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过24 h。每批产品不超过60 t。

7.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的3/4处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查。

7.4 检验结果的判定采用GB/T 8170修约值比较法进行。检验结果中如有任何一项指标不符合本标准要求时，则应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

## 8 标志、包装、运输、贮存

### 8.1 标志

8.1.1 2-(4-甲基-3-戊烯基)蒎醌包装上应有清晰、明显、牢固的标识，其内容包括：

- a) 生产厂名称、厂址；
- b) 产品名称、型号；
- c) 批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本文件编号；
- f) GB/T 191规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.1.2 每批出厂的2-(4-甲基-3-戊烯基)蒎醌都应附有一定格式的质量证明书。内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称、型号；
- c) 批号或生产日期；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本文件编号。

### 8.2 包装

2-(4-甲基-3-戊烯基)蒎醌采用双层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋或纸塑复合袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，或用与其相当的其他方式封口；外袋采用缝包机缝合，缝合牢固，无漏缝或跳线现象。每袋净含量为25 kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

### 8.3 运输

2-(4-甲基-3-戊烯基)蒎醌在运输过程中应防止雨淋、受热、受潮，不应强力挤压和碰撞。

### 8.4 贮存

2-(4-甲基-3-戊烯基)蒎醌应贮存于干燥、通风、阴凉处，防止雨淋、受热、受潮。



---