

中华人民共和国国家标准

GB/T 15336—2013
代替 GB/T 15336—2006

邻苯二甲酸酐

Phthalic anhydride

2013-07-19 发布

2013-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 15336—2006《邻苯二甲酸酐》，与 GB/T 15336—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS 号(见第 1 章)；
- 增加了气相色谱法测定纯度的技术指标和检验方法(见第 3 章、5.9)；
- 取消了原标准化学法测定邻苯二甲酸酐含量的技术指标和检验方法(2006 版的第 3 章、5.7)；
- 修改了硫酸色号的优等品指标(见第 3 章，2006 版的 3)；
- 取消了原标准灰分的技术指标和检验方法(2006 版的第 3 章和第 6 章)；
- 将结晶点修改为型式检验项目(见 7.1，2006 版的 7.1)；
- 增加了“安全信息”(见第 4 章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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：铜陵化工集团有机化工有限责任公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：杨家仁、杨杰民、曹文莲。



本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15336—1994、GB/T 15336—2006。

邻苯二甲酸酐

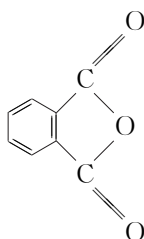
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了邻苯二甲酸酐的要求、安全信息、采样、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于邻苯二甲酸酐的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_8H_4O_3$

相对分子质量:148.12(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN:85-44-9

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,ISO 780:1997,MOD)

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 603—2002,ISO 6353-1:1982 NEQ)

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 2385 染料中间体 结晶点的测定通用方法

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(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

GB/T 16483 化学品安全技术说明书内容和项目顺序

3 要求

邻苯二甲酸酐的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 邻苯二甲酸酐的质量要求

项 目	指 标			试验方法
	优等品	一等品	合格品	
(1) 外观	白色鳞片状或结晶性粉末		白色微带其他色调的鳞片状或结晶性粉末	6.2
(2) 熔融色度/(色度号) ≤	20	50	100	6.3
(3) 热稳定色度/(色度号) ≤	50	150	—	6.4
(4) 硫酸色度/(色度号) ≤	40	100	150	6.5
(5) 结晶点/℃ ≥	130.5	130.3	130.0	6.6
(6) 邻苯二甲酸酐纯度/% ≥	99.50	99.50	99.50	6.7
(7) 游离酸的质量分数/% ≤	0.20	0.30	0.50	6.8

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268—2012,邻苯二甲酸酐为第 8 类腐蚀性物质,危险品编号为 UN:2214(CN:81631)刺激眼睛和皮肤,触及皮肤可能引起过敏。使用及搬运时应采取必要的防护措施,避免眼睛和皮肤接触,严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

按 GB/T 16483,该产品出厂应提供详细的安全技术说明书。安全技术说明书应包括如下内容:

- a) 提供该产品的危险性信息;
- b) 安全使用方法;
- c) 运输、储存要求;
- d) 防护措施;
- e) 应急处理措施等。

5 采样

以批为单位采样,以每次检验的均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定,所采样品的包装应完好,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,一个保存备查。

6 试验方法

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及制剂、制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、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 4.4.3 修约值比较法进行。

6.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

6.3 熔融色度的测定



6.3.1 试剂和仪器

- a) 盐酸;
- b) 硫酸:优级纯;
- c) 氯化钴;
- d) 氯铂酸钾;
- e) 电热铝块加热器:调节温度 $(170\pm 3)^{\circ}\text{C}$ 、 $(250\pm 3)^{\circ}\text{C}$,有孔径 20 mm、深度 150 mm 的孔,供放置比色管用;
- f) 比色管:长 170 mm,内径 17 mm,容积为 25 mL,具磨口塞;
- g) 铂钴标准溶液的配制:按 GB/T 605 的规定进行。

6.3.2 测定步骤

称取研细的邻苯二甲酸酐试样约 29 g(其熔融后体积相当于 25 mL),置于干燥、清洁的比色管中。将此比色管放入预先加热到 170°C 的加热器中,使其完全熔融,取出比色管,于白色背景下,沿轴线方向与同体积色度标准溶液进行比较。若试样与某个标准溶液色度接近时(允许微带其他色调),则该标准色调的号数即为试样的色度号(比色后的试液用于测定热稳定色度)。

6.3.3 允许差

40 号以内为 5 号,40 号~100 号为 10 号,125 号~250 号为 25 号。

色度测定时试液色调与标准溶液色调不可比时,一般作为降级处理。

6.4 热稳定色度的测定

6.4.1 测定步骤

将 6.3.2 测定过熔融色度的试液,迅速移至预先加热至 250°C 的加热器中,在此温度下保持 1.5 h 后,取出比色管,与同体积色度标准溶液进行比较(比色方法同 6.3)。

6.4.2 允许差

同 6.3.3。

6.5 硫酸色度的测定

6.5.1 测定步骤

称取研细的邻苯二甲酸酐试样 2 g(精确至 0.1 g)置于干燥、清洁的比色管中,加入硫酸至 25 mL,摇至试样全部溶解,静置 20 min 立即于白色背景下,沿轴线方向与同体积色度标准溶液进行比较(比色方法同 6.3)。

6.5.2 允许差

同 6.3.3。

6.6 结晶点的测定

按 GB/T 2385 的规定进行。

6.7 邻苯二甲酸酐纯度的测定

6.7.1 测定原理

采用气相色谱法,样品经毛细管色谱柱分离,经氢火焰离子化检测器检测,用峰面积归一化法定量。

6.7.2 试剂

丙酮:色谱纯。

6.7.3 仪器和设备

- a) 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 和 6.4 的规定;
- b) 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 微量进样器:1.0 μ L~10.0 μ L;
- e) 色谱柱:长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 0.25 μ m,固定相为(50%苯基)-甲基聚硅氧烷(如 DB-17 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱)。

6.7.4 色谱仪操作条件

色谱仪操作条件见表 2。

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	300
载气(氮气)压力/kPa	70
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300

表 2 (续)

控制参数		操作条件
补偿气(氮气)流量/(mL/min)		20
分流比		10 : 1
进样量/ μ L		1
程序升温	初始柱温/ $^{\circ}\text{C}$	160
	保持时间/min	0
	升温速度/ $(^{\circ}\text{C} / \text{min})$	10
	终止温度/ $^{\circ}\text{C}$	200
	保持时间/min	6
可根据不同仪器设备,选择最佳分析条件		

6.7.5 试样溶液的制备

称取适量样品,用丙酮溶解,使样品的浓度约为 30 mg/mL。

6.7.6 测定步骤

开启色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,用微量进样器吸取配制好的样品溶液进样,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.7.7 结果计算

邻苯二甲酸酐纯度以 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 ——邻苯二甲酸酐的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分 i 的峰面积数值之和。

计算结果保留到小数点后两位。

6.7.8 允许差

邻苯二甲酸酐纯度的平行测定结果之差应不大于 0.20%,取其算术平均值作为测定结果。

6.7.9 色谱图

气相色谱图见图 1。

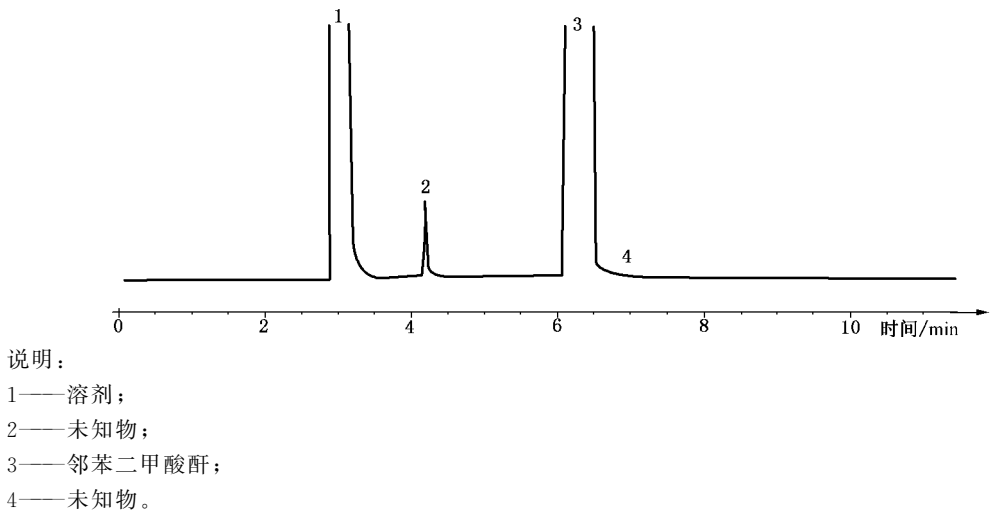


图 1 邻苯二甲酸酐气相色谱示意图

6.8 游离酸含量的测定

6.8.1 测定原理

采用中和滴定法。

用中性邻苯二甲酸钾滴定试样中的游离酸含量，以溴酚蓝指示液判定终点。

6.8.2 试剂和溶液

- a) 乙醇：体积分数为 95%；
- b) 丙酮；
- c) 邻苯二甲酸；
- d) 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ ；
- e) 酚酞指示液：10 g/L；
- f) 溴酚蓝指示液：4 g/L。

6.8.3 仪器设备

侧边活塞自动定零位滴定管。

6.8.4 中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液的配制与标定

6.8.4.1 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液的配制

称取氢氧化钾 28 g，于 1 L 容量瓶中，加 50 mL 水溶解，再用乙醇稀释至刻度摇匀，放置、澄清。

6.8.4.2 中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液的配制

称取邻苯二甲酸 16.62 g(精确至 0.002 g)，于 1 L 容量瓶中，加 50 mL 水及 490 mL 乙醇，此时溶液如果浑浊，可滴加水，不断摇动即可清亮，然后加入 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液 400 mL，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液对溴酚蓝指示液呈蓝色，对酚酞指示液呈无色。

6.8.4.3 中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液的标定

称取邻苯二甲酸 0.05 g(精确至 0.000 2 g)，于 250 mL 锥形瓶中，加 50 mL 丙酮，使其全溶，然后

加入 6 滴溴酚蓝指示液,用中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液滴定至蓝色。

6.8.4.4 中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液质量浓度的计算

中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液质量浓度以滴定度 T 计,数值用 g/mL 表示,按式(2)计算:

$$T = \frac{m_1}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——邻苯二甲酸质量,单位为克(g);

V_1 ——中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)。

6.8.5 测定步骤

称取研细试样约 5 g(精确至 0.001 g),于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 丙酮,使其全溶后,加入 6 滴溴酚蓝指示液,用中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液滴定至蓝色即为终点。

6.8.6 结果计算

游离酸含量以质量分数 w_2 计,按式(3)计算

$$w_2 = \frac{TV_2}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

T ——中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

V_2 ——消耗中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

m_2 ——邻苯二甲酸酐的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.8.7 允许差

平行测定结果之差不大于 0.02%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

7 检验规则

7.1 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,除表 1 中(4)、(5)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、工艺及原料有较大改变时;
- d) 停产三个月后又恢复生产时;
- e) 客户要求时。

7.2 出厂检验

邻苯二甲酸酐应由生产厂质检部门检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

7.3 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,则整批产品不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

邻苯二甲酸酐的每个包装容器上都应按 GB 190 和 GB/T 191 中的有关规定涂印耐久、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/批号;
- d) 生产许可证编号和标志;
- e) 净含量;
- f) 警示标志(腐蚀性物质)。

8.2 标签

产品应有标签,标签的编写应符合 GB 15258 的规定。标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号。

8.3 包装

邻苯二甲酸酐用内衬塑料袋的编制袋或用多层防潮牛皮纸袋包装,每袋净含量 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$ 或 $50\text{ kg}\pm 0.50\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。产品包装应符合 GB 12463 及危险化学品包装的相关规定。

8.4 运输

邻苯二甲酸酐产品运输时不能接近火源,搬运时须戴劳动保护用具,应轻取轻放,防止日晒雨淋。邻苯二甲酸酐对眼睛和皮肤有刺激作用,搬运时严格注意安全。切勿与皮肤接触和吸入体内。

8.5 贮存

邻苯二甲酸酐属于腐蚀性物质,应按 GB 15603 及相关规定贮存在清洁、阴凉、干燥的库房内,避免阳光照射,不得接近火源。贮存温度不得超过 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。邻苯二甲酸酐产品的保存期为三个月,在保存期内,该产品应符合本标准的各项规定。
