



中华人民共和国国家标准

GB/T 26607—2011

工业用邻苯基苯酚

o-phenyphenol for industrial use

2011-06-16 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:盐城市华业医药化工有限公司、东营远大化工有限公司。

本标准主要起草人:张银华、游本刚、肖启华、姚勇、王东平。

工业用邻苯基苯酚

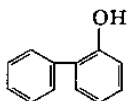
1 范围

本标准规定了工业用邻苯基苯酚的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以环己酮为主要原料,经聚合、脱氢制得的工业用邻苯基苯酚。

分子式: $C_{12}H_{10}O$

结构式:



相对分子质量:170.21(按 2007 年国际相对原子质量)

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/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7532 有机化工产品中重金属的测定 目视比色法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB/T 9729 化学试剂 氟化物测定通用方法

3 要求

3.1 外观

白色薄片或白色晶体。

3.2 要求

工业用邻苯基苯酚指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
邻苯基苯酚, $w/\%$	≥ 99.7	≥ 99.5	≥ 99.0
熔点范围/ $^{\circ}\text{C}$	56.0~58.0		
水分, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.20	≤ 0.30
氯化物(以 Cl 计), $w/(\text{mg/kg})$	≤ 30		—
硫酸盐(以 SO_4 计), $w/(\text{mg/kg})$	≤ 50		—
重金属(以 Pb 计), $w/(\text{mg/kg})$	≤ 10		—
氢氧化钠溶解试验	澄清透明	—	
色谱杂质, $w/\%$	由供需双方协商确定		

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4.3 外观的测定

取适量实验室样品,平摊在培养皿上,目测观察。

4.4 邻苯基苯酚含量和色谱杂质的测定

4.4.1 方法提要

实验室样品用乙酸乙酯溶解。在选定的色谱条件下,进样分析,用火焰离子化检测器(FID)检测,面积归一化法定量,计算出样品中邻苯基苯酚和色谱杂质的含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氮气:体积分数 $\geq 99.95\%$ 。

4.4.2.2 氢气:体积分数 $\geq 99.9\%$ 。

4.4.2.3 空气:经硅胶或 5 A 分子筛干燥和净化。

4.4.2.4 乙酸乙酯。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 气相色谱仪:带有火焰离子化检测器(FID),整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的规定,线性范围满足分析要求。

- 4.4.3.2 记录仪:色谱数据处理机或积分仪。
- 4.4.3.3 进样器:10 μL 微量注射器或自动进样器。
- 4.4.4 色谱分析条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 2。典型色谱图和相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可以使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项 目	参 数
固定相	25%氰乙基-75%二甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱(XE-60)
毛细管色谱柱	30 m×0.32 mm×0.30 μm(柱长×柱内径×液膜厚度)
柱箱温度/℃	175
汽化室温度/℃	270
检测器温度/℃	270
载气(N ₂)流量/(mL/min)	2.4
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
分流比	80 : 1
进样量/μL	1

4.4.5 分析步骤

称取实验室样品(1~2)g,加约 3 mL 乙酸乙酯溶解,使溶液均匀,作为试样溶液。

根据仪器说明书,调节气相色谱仪至表 2 所示的操作条件,待仪器稳定后,注入试样溶液测定。以面积归一化法定量。

4.4.6 结果计算

邻苯基苯酚及色谱杂质的质量分数 w_i ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100 - w_2) \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 A_i ——组分 i 的色谱峰面积;
 w_2 ——按 4.6 测得的试样中水的质量分数的数值。

4.4.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的允许差值见表 3。

表 3 色谱测定结果允许差

项 目	邻苯基苯酚	色 谱 杂 质
绝对差值, $w/\%$	0.1	—
相对偏差, $w/\%$	—	30

4.5 熔点范围的测定

按 GB/T 617 的规定进行。

4.6 水分的测定

按 GB/T 6283 的规定进行。

称取实验室样品 0.5 g, 精确至 0.000 1 g。实验室样品如是片状, 应先研碎再称量。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.003%。

4.7 氯化物含量的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 苯。

4.7.1.2 硝酸溶液: 25%。

4.7.1.3 氯化物标准溶液: 0.1 mg/mL。

4.7.2 分析步骤

称取实验室样品 10 g, 精确至 0.01 g, 置于分液漏斗中, 加 15 mL 苯振摇溶解, 再加 27 mL 水和 3 mL 硝酸溶液, 振摇 1 min, 静置分层, 取水相 3 mL 作为试样溶液。取 0.30 mL 氯化物标准溶液配制标准比浊溶液。以下步骤按 GB/T 9729 规定进行。试样溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

4.8 硫酸盐含量的测定

4.8.1 试剂

4.8.1.1 苯。

4.8.1.2 盐酸溶液: 20%。

4.8.1.3 硫酸盐标准溶液: 0.1 mg/mL。

4.8.2 分析步骤

称取实验室样品 10 g, 精确至 0.01 g, 置于分液漏斗中, 加 15 mL 苯振摇溶解, 再加 19 mL 水和 1 mL 盐酸溶液, 振摇 1 min, 静置分层, 取水相 2 mL 作为试样溶液。取 0.50 mL 硫酸盐标准溶液配制标准比浊溶液。以下步骤按 GB/T 9728 规定进行。试样溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

4.9 重金属含量的测定

4.9.1 试剂

4.9.1.1 硫酸。

4.9.1.2 硝酸。

4.9.1.3 盐酸溶液: 质量分数为 20%。

4.9.1.4 氨水溶液: 质量分数为 10%。

4.9.1.5 铅标准溶液: 0.01 mg/mL; 准确吸取铅杂质测定用标准溶液 (0.1 mg/mL) 10 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。使用前新鲜配制。

4.9.1.6 酚酞指示液: 10 g/L。

4.9.2 分析步骤

称取实验室样品 1 g, 精确至 0.001 g, 研成粉末, 放入石英或瓷坩埚中, 加 1 mL 硫酸润湿, 尽量以低温缓慢灼热至样品接近炭化后, 冷却, 加 1 mL 硫酸, 缓慢加热至不产生硫酸蒸汽后, 在 (450~550)℃ 下灼烧至残渣灰化, 冷却后加 1 mL 盐酸溶液和 0.2 mL 硝酸, 在水浴上蒸干, 加 1 mL 盐酸溶液和 15 mL 水, 加热溶解, 冷却后加酚酞指示液 1 滴, 滴加氨水溶液至溶液呈微红色, 摇匀转入 50 mL 比色管中, 加水稀释至 20 mL, 作为试样溶液。取 1.00 mL 铅标准溶液配制标准比色溶液。以下步骤按 GB/T 7532 的规定进行, 试样溶液所呈颜色不得大于标准比色溶液。

4.10 氢氧化钠溶解试验

4.10.1 试剂

氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 1.0 \text{ mol/L}$ 。

4.10.2 分析步骤

称取实验室样品 5 g, 精确至 0.001 g, 置于锥形瓶中, 准确加入一定体积的氢氧化钠标准滴定溶液, 振荡至样品完全溶解, 溶液应澄清。

加入的氢氧化钠标准滴定溶液的体积数 V , 数值以 mL 表示, 按式(2)计算:

$$V = \frac{m \times 1.000}{cM} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m —— 试料的质量的数值, 单位为克(g);

c —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M —— 邻苯基苯酚的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M = 170.2$)。

5 检验规则

5.1 第3章要求中 3.1 外观和 3.2 表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。出厂检验应逐批进行。

5.2 工业用邻苯基苯酚应由生产企业的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品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;
- c) 生产日期或批号;
- d) 产品等级;
- e) 本标准编号。

5.3 工业用邻苯基苯酚以同等质量的均匀产品为一批, 但若干个生产批构成一个检验批的时间不应超过三天。

5.4 工业用邻苯基苯酚的采样单元数和采样方法按 GB/T 6678、GB/T 6679 中的规定进行。采取具有代表性的样品, 采样量不少于 100 g, 分装两个清洁、干燥的玻璃瓶中, 密封。贴上标签, 注明产品名称、批号、取样生产日期、取样地点、取样人姓名等。一瓶供检验用, 一瓶备查。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求, 则整批产品作不合格处理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业用邻苯基苯酚的包装容器上应有牢固明显的标志,内容包括:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称、厂址;
- c) 批号或生产日期;
- d) 产品等级;
- e) 净含量;
- f) 本标准编号。

6.2 工业用邻苯基苯酚应采用清洁、干燥的树脂材料的复合袋或用聚乙烯袋包装。或在符合安全要求的条件下,根据用户要求包装。

6.3 工业用邻苯基苯酚运输过程中应确保包装袋不损坏,注意防潮,避免雨淋。

6.4 工业用邻苯基苯酚应贮存于阴凉、干燥的库房内。

附 录 A
(规范性附录)

邻苯基苯酚含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 邻苯基苯酚含量测定的典型色谱图

邻苯基苯酚典型色谱图见图 A.1。

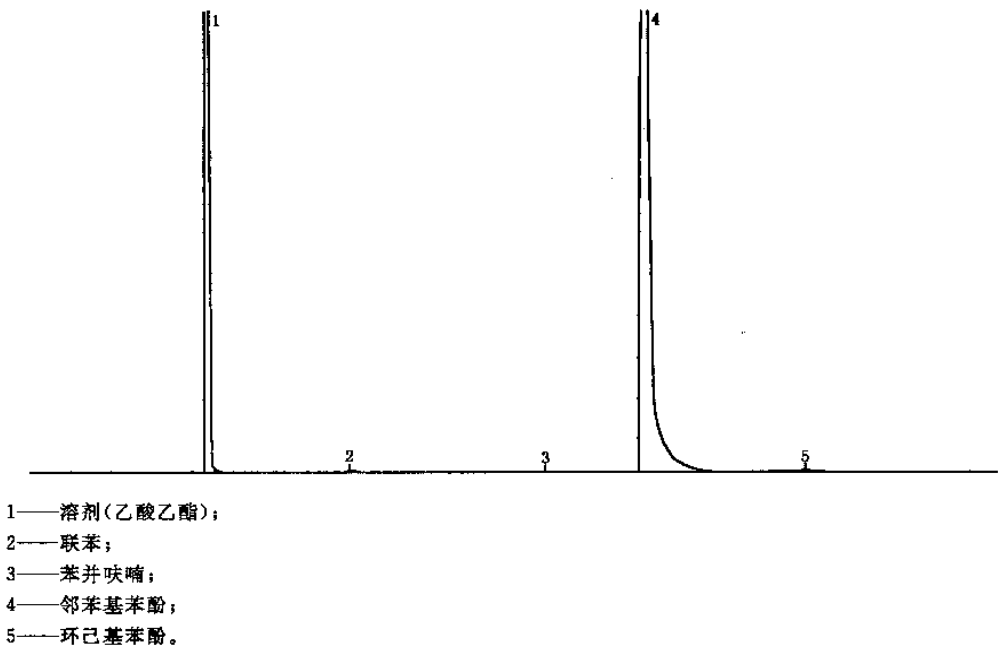


图 A.1 邻苯基苯酚的典型色谱图

A.2 邻苯基苯酚各组分相对保留值

邻苯基苯酚各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

序 号	组 分	相对保留值
1	溶剂(乙酸乙酯)	0.27
2	联苯	0.46
3	苯并呋喃	0.75
4	邻苯基苯酚	1.00
5	环己基苯酚	1.25