



中华人民共和国国家标准

GB/T 23960—2009

工业用邻苯二酚

Catechol for industrial use

2009-06-02 发布

2010-02-01 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

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准起草单位:连云港三吉利化学工业有限公司。

本标准参加起草单位:罗地亚镇江化学品有限公司。

本标准主要起草人:刘德标、陈素青、徐娟、王恒启。

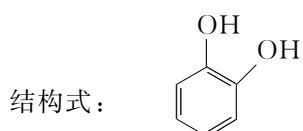
工业用邻苯二酚

1 范围

本标准规定了工业用邻苯二酚的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于以苯酚羟基化法制得的工业用邻苯二酚的生产、检验和销售。

分子式： $C_6H_6O_2$



相对分子质量：110.11(按 2007 年国际相对原子质量)

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 190 危险货物包装标志

GB/T 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 7531—2008 有机化工产品灼烧残渣的测定(ISO 6353-1:1982,NEQ)

3 要求

3.1 外观：浅灰色至浅棕色晶体。

3.2 工业用邻苯二酚应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
邻苯二酚, $w/\%$ $\geq$	99.0	98.0
终熔点/ $^{\circ}\text{C}$	103~106	
灼烧残渣, $w/\%$ $\leq$	0.04	

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。

标准所用硝酸、盐酸等化学品具有腐蚀性，应小心操作，避免皮肤接触。

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符合 GB/T 6682—2008 中规定的一级水。

4.3 外观

取适量实验室样品摊平在干净的白纸上,在充足光线下目视观察。

4.4 邻苯二酚含量的测定

4.4.1 方法提要

高效液相色谱法。样品用流动相(甲醇-乙酸水溶液)溶解,使用定量进样阀将样品溶液注入色谱系统,通过色谱柱使样品溶液中各组分分离,用紫外吸收检测器检测,外标法定量,计算样品中邻苯二酚含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 邻苯二酚标准品:质量分数不小于 98.0%。

4.4.2.2 甲醇-乙酸水溶液:称取 1.0 g 冰乙酸,加 500 mL 水混匀,为乙酸水溶液。分别取等体积的甲醇(HPLC 级试剂)和乙酸水溶液混匀,pH 在 3~3.5。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 高效液相色谱仪:配有可变波长的紫外吸收检测器。

4.4.3.2 色谱工作站。

4.4.3.3 定量进样阀:20 μ L。

4.4.3.4 微量注射器:1 mL。

4.4.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2,邻苯二酚含量测定的典型高效液相色谱图见图 A.1,各组分的参考保留时间见表 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使用。

表 2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

色谱柱	250 mm $\times$ 4.6 mm(柱长 $\times$ 柱内径)不锈钢柱。填充以多孔球型硅胶为基质,表面键合 18 烷基官能团的非极性填料,填料粒径 5 μ m
柱温	室温
流动相	甲醇-乙酸水溶液
流动速度/(mL/min)	0.8
检测器检测波长/nm	277
进样量/ μ L	20 μ L

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 标准样品溶液的制备

称取 0.1 g 邻苯二酚标准品,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸水溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管准确吸取该溶液 2 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸水溶液稀释至刻度,摇匀(该溶液含邻苯二酚标准品 40 μ g/mL)。

4.4.5.2 样品溶液的制备

称取 0.1 g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸水溶液溶解并稀释至刻度,摇匀。用移液管准确吸取 2 mL 溶液于 50 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸水溶液稀释至刻度,摇匀。

4.4.5.3 测定

在选定色谱条件下,仪器基线稳定后,重复注入标准样品溶液,待相邻两针的相对响应值变化小于 1.5%,进行高效液相色谱分析,按下列顺序进样:标准样品溶液,样品溶液,样品溶液,标准样品溶液。将得到的两次样品溶液及前后两次标准样品溶液的峰面积进行平均,外标法定量,计算得到邻苯二酚含量。

4.4.6 结果计算

邻苯二酚的质量分数 w_1 ，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{A_1 m_2 P}{A_2 m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 ——相邻两针样品溶液中邻苯二酚峰面积的平均值；

A_2 ——样品溶液前后两针标准样品溶液中邻苯二酚峰面积的平均值；

m_1 ——样品溶液中试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——标准样品溶液中邻苯二酚标准品的质量的数值，单位为克(g)；

P ——邻苯二酚标准品含量的质量分数，单位为%。

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0.7%。

4.5 熔点的测定

按 GB/T 617—2006 规定的方法进行测定。以仪器法作为仲裁法。

4.6 灼烧残渣的测定

按 GB/T 7531—2008 的规定进行。灼烧温度 650℃。

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0.01%。

5 检验规则

5.1 检验分类分为出厂检验和型式检验。

5.1.1 出厂检验项目为外观(见 3.1)和表 1 中的邻苯二酚的质量分数、终熔点，应逐批进行检验。

5.1.2 型式检验项目为外观(见 3.1)和表 1 中规定的所有项目，在正常生产情况下每六个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后重新恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异；
- e) 合同规定。

5.2 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过 1 天。

5.3 工业用邻苯二酚的采样按 GB/T 6678—2003 和 GB/T 6679—2003 的规定进行。所采试样总量不得少于 100 g。将样品混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的避光样品袋中，贴上标签并注明：产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一袋送检，一袋留样，留样时间六个月。

5.4 工业用邻苯二酚应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求，并附有一定格式的质量证明书，内容包括：生产厂名称和厂址、产品名称、产品等级、生产日期或批号、质量等级、净含量和本标准编号等。

5.5 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。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，则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

工业用邻苯二酚产品包装容器上应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、生产厂名称、厂址、商标、批号或生产日期、产品等级、净含量、本标准编号以及符合 GB 190 中规定的“有毒品”标志。

6.2 包装

工业用邻苯二酚的包装采用塑料袋和复合袋双层包装。每包净含量为 25 kg。或按照用户要求并符合安全规定的包装。

6.3 运输

工业用邻苯二酚运输过程中应轻装、轻卸、防热、防雨、防潮、防止破损,避免阳光照射。

6.4 贮存

工业用邻苯二酚应贮存于干燥、避免阳光照射的阴凉处。

7 安全

邻苯二酚可燃,有毒。受高热分解放出有毒的气体。与强氧化剂接触可发生化学反应。空气中粉尘浓度超标时,佩戴自吸过滤式防尘口罩。紧急事态抢救或撤离时,应该佩戴空气呼吸器。

附 录 A (规范性附录)

邻苯二酚含量测定典型高效液相色谱图和参考保留时间

A.1 邻苯二酚含量测定典型高效液相色谱图

典型色谱图见图 A.1。

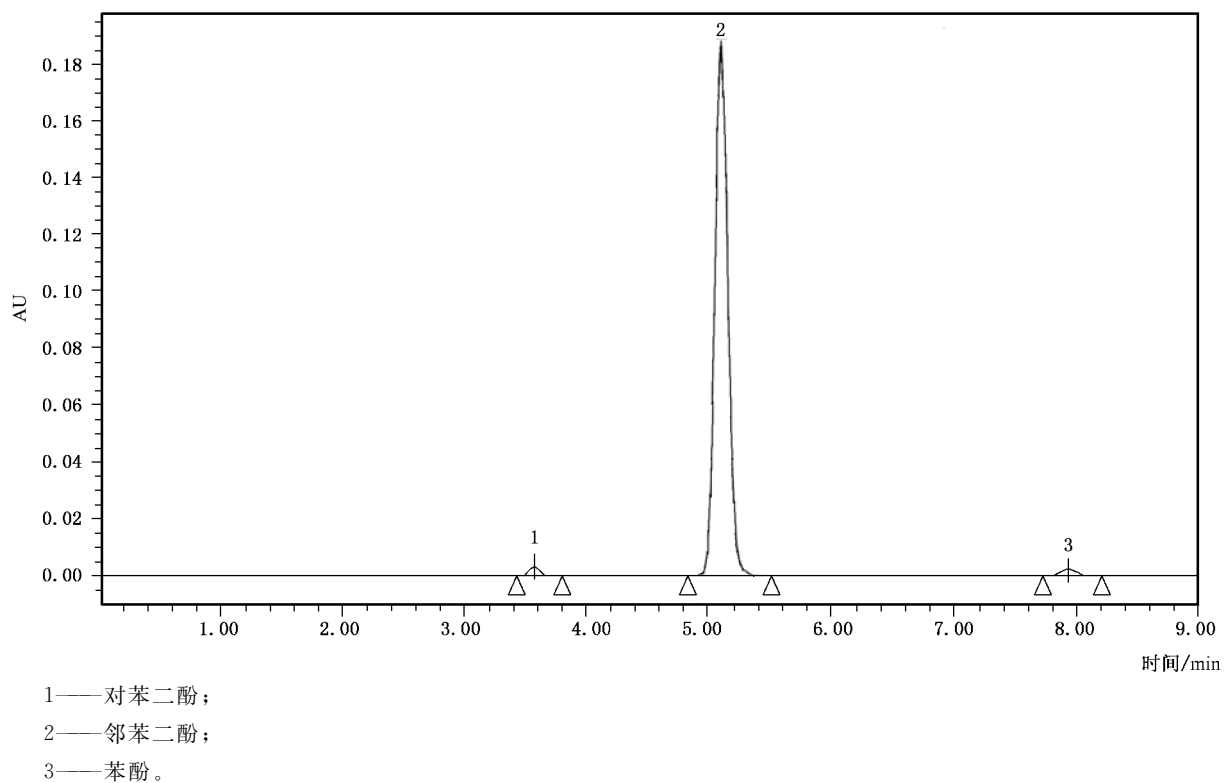


图 A.1 邻苯二酚含量测定典型高效液相色谱图

A.2 各组分的参考保留时间

各组分的参考保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分的参考保留时间

峰序	组分名称	保留时间/min
1	对苯二酚	3.574
2	邻苯二酚	5.094
3	苯酚	7.930