

ICS 71.100.01;87.060.10

GB 502

GB/T 15336-2013

邻苯二甲酸酐



GB/T 15336—2013
代替 GB/T 15336—2006

邻苯二甲酸酐

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
中国国家标准化管理委员会

发

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
邻 苯 二 甲 酸 酐

GB 19227-2003/ISO 15700-2002

*

中国标准出版社出版发行

北京南礼部路标准馆邮政编码100045

电话:(010)66117733 66117734 66117735

定价:30.00元

16开 28.5×22.5

2003年12月第1版

5

书号:1551866·1-47930

版权所有 侵权必究

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。



邻苯二甲酸酐

1 范围

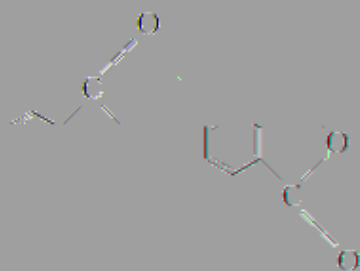
本标准规定了邻苯二甲酸酐的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

规范性引用文件

下列文件中的规定通过本标准引用。

GB 190 包装储运图示标志

GB 2893 安全色



C₈H₄O₃

分子量

相对分子质量：148.12(按2009年国际相对原子质量计)

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。

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 (%)	
外观	白色或常带其他色痕跡			目视
熔点/℃	130	—	—	GB 3531
酸值	—	—	—	—
邻苯二甲酸酐纯度/%	—	—	—	—

4 安全信息

4.1 安全

4.2 安全技术说明书

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

- a) 提供该产品的危险性信息；
- b) 安全操作和储存；
- c) 急救措施；
- d) 消防措施；
- e) 应急处置措施等。

5 采样

6 试验方法

6.1 一般规定

6.2 外观的评定

右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

- 盐酸；
- 硫酸：优级纯；
- 氯化钴；
- 氯铂酸钾；
- 电热铝块加热器：调节温度 $(170 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ 、 $(250 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ ；置比色管用；

±3)℃,有孔径 20 mm、深度 150 mm 的孔,供放

6.3.2 测定步骤

6.3.3 允许差

60 号以内为 5 号,40 号~100 号为 10 号,120 号~250 号为 20 号,在印刷时,应视色调与纸张色调不可出用,一般作为整版使用。

6.4 热稳定色度的测定

6.4.1 测定步骤

系裂中, 在裂相变下部麻 1.5 m 处, 将 3.3.2 剖面的格状体、假蛇纹岩、黑云母等岩石 (见图 25a、25b) 放入

6.4.2 允许差

图 6.2.3.3

6.5.1 测定步骤

于干燥、清洁的比色管中,加水或酸至25 mL,准确称取研细的样品(二甲酸酐试样)2.0 g(精确至0.1 mg),置于比色管中,加水或酸至25 mL,摇匀,静置2 min,待溶液澄清后,按GB/T 2385的规定进行测定。

6.5.2 结果表示

同 6.3.3。

6.6 结晶点的测定

按 GB/T 2385 的规定进行。

6.7 气相色谱法测定二甲酸酐的含量

6.7.1 测定原理

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。采用气相色谱法,将

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。

1) 检测器:氢火焰离子化检测器(FID)。

2) 色谱柱:色谱柱或填充柱。

3) 载气:氮气。

色谱柱:内径为 0.25 mm,长度 30 m,膜厚 0.25 μm,固定相为 5% 苯基-95% 聚硅氧烷(如 DB-5)。

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(氮气)流量/(mL/min)		30
300		助燃气(空气)流量/(mL/min)

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/ $^{\circ}$ C	160
	保持时间/min	0
	升温速度/($^{\circ}$ C/ min)	10
	终止温度/ $^{\circ}$ C	200
	保持时间/min	6

可根据不同仪器设备,选择最佳条件。

6.7.5 试样溶液的制备

称取适量样品,用丙酮溶解,使样品的浓度为 2%。

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

6.7.7 结果计算

邻苯二甲酸酐纯度以 w_1 计,按式(1)计算。

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100\%$$

式中:

A_1 ——邻苯二甲酸酐的峰面积数值;

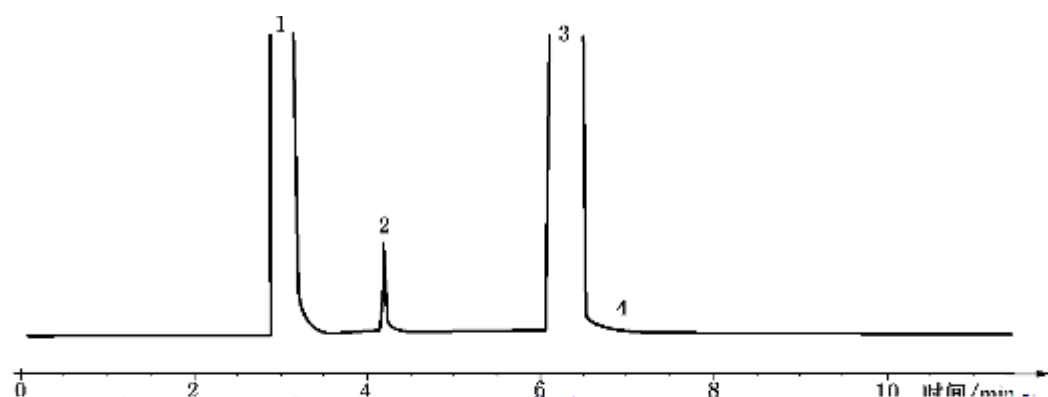
$\sum A_i$ ——试样中各组分峰面积之和。
邻苯二甲酸酐标准物质的峰面积为 1。

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。



说明:

- 1 溶剂;
- 2 未知物;
- 3 邻苯二甲酸酐;
- 4 未知物。

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

采用中和滴定法。

用酚酞指示液。用氢氧化钾乙醇溶液滴定至溶液呈粉红色即为终点。

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

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

6.8.4.2 中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液的配制

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

至澄清。然后加入 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液 100 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

将溶液倒入 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

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

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。

详细标准滴定溶液质量浓度的计算

6.8.4.4 中性邻苯二甲

详细标准滴定溶液质量浓度的计算

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

式中:

m_1 ——邻苯二甲酸质量,单位

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

详细标准滴定溶液质量浓度的计算

6.8.6 结果计算

详细标准滴定溶液质量浓度的计算

$$\omega_2 = \frac{TV_2}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

ω_2

式中:

T ——中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液

T ——中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液

的质量浓度,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

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)。



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,重新检验结果符合本标准要求时,则按合格品处理。

标志、标签、包装、运输和贮存

8

1 标志

8

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) 生产许可证编号和标志;

c) 生产日期或批号;

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

符合 GB 15228 的规定。标签上应注明容易识别的净重,合格证明,批号。产品应有标签,标签的格式应符合 GB 15228 的规定。

8.3 包装

8.4 运输