

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 发布

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

邻 苯 二 甲 酸 酐

GB/T 15336—2013

*

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gbl68.cn

服务热线: 010-51780168

010-68522006

2013年10月第一版

*

书号: 155066 · 1-47439

版权专有 侵权必究

邻苯二甲酸酐

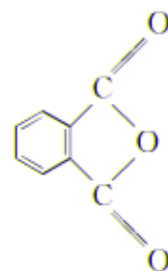
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。 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、

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引用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件。

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	
(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 10000 规定，邻苯二甲酸酐属中等危害物质，危险等级为 2.5，其安全使用、运输、储存、处置等应符合 GB 13690 的规定。

4.2 安全技术说明书

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。安全技术说明书应提供该产品的危险性信息；安全使用方法；运输、储存要求；防护措施；应急处理措施等。

5 采样

在采样前应检查采样器是否清洁、干燥，并应进行校准。采样时应注意避免产生静电，采样时应佩戴防护用品。采样应在通风橱内进行，采样时应避免直接接触样品。采样后应立即密封，并应贴上标签，注明采样日期、地点、样品名称等信息。采样时应按照 GB/T 16483 的要求进行。

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 6699, 2008 中规定的三级水。试验中所用标

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

- 2.23 mm; 厚度: 1.50 mm) 的乳, 快煎。

6.3.2 测定步骤

2015年12月25日，原告与被告签订了《股权转让协议》，约定原告将其持有的被告100%股权转让给被告，被告支付原告股权转让款1000万元。协议签订后，被告未按约定支付股权转让款，原告多次催讨无果。原告遂向法院提起诉讼，请求判令被告支付股权转让款1000万元及违约金。

6.3.3 允许差

25号, 60号以内为3号, 40号~100号为10号, 125号~250号为
级处理。

6.4 热稳定色度的测定

6.4.1 测定步骤

10) 的加热器中, 在此温度下保持 1.5 h。将 4.3.2 测定过熔融色度的试液, 迅速移至预先加热至 25℃ 的比色管, 与同体积色度标准溶液进行比较(比色方法同 4.3.2)。

6.4.2 允许差

图 6.3.3.2

- 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 μL ~10.0 μL ;
- e) 色谱柱:长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 0.25 μm ,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/ $^{\circ}\text{C}$	300
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	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:

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum_{i=1}^n A_i} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

A_1 ——邻苯二甲酸酐的峰面积数值;

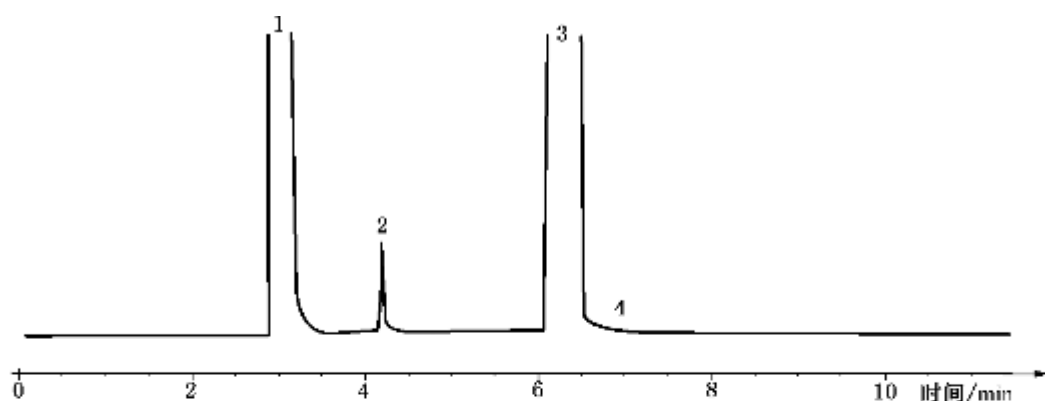
$\sum_{i=1}^n A_i$ ——试样中各组分峰面积之和; n 为峰数,即除溶剂峰外,所有峰均计入。

6.7.8 允许差

).20%,取其算术平均值作为测定结果。 邻苯二甲酸酐纯度的平行测定结果之差应不大于(

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

6.8.1 测定原理

采用中和滴定法。

以溴酚蓝指示液判定终点。

用中性邻苯二甲酸钾滴定试样中的游离酸含量,以

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 100 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 16.62 g(精确至 0.002 g),于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水及 150 mL 乙醇,使其完全溶解。

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

用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: 中性邻苯二甲酸钾标准

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

量,单位为克(g); 式中:
酸钾标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)。 m_1 ——邻苯二甲酸质
 V_1 ——中性邻苯二甲

6.8.5 测定步骤

称取试样 10.00g,置于锥形瓶中,加入 20mL 水,煮沸 10min,加入 2 滴酚酞指示液,用中性邻苯二甲酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,即为终点。消耗标准滴定溶液体积为 V_2 mL。

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 ——称取试样质量,单位为克(g)。

6.8.7 允许差

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

7 出厂检验

7.1 型式检验

型式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。本标准第 3 章表 1 所列的所有检验项目。

型式检验应在下列情况下进行:

- a) 新产品试制时;
- b) 产品异地生产时;
- c) 生产配方、工艺有较大改变时;
- d) 停产三个月后恢复生产时;
- e) 客户要求时。

7.2 出厂检验

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

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。

