

ICS 71.080.90
G 17
备案号: 60625—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5274—2017

4-氯-3,5-二甲基苯酚

4-Chloro-3,5-dimethylphenol

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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/TC63/SC2) 归口。

本标准负责起草单位：铜陵千衍新材料科技有限公司、铜陵市恒兴化工有限责任公司。

本标准参加起草单位：湖南利洁生物集团股份有限公司。

本标准主要起草人：赵坚强、章蕾蕾、罗丹、李红雷、乔一鹏。

4-氯-3,5-二甲基苯酚

警示——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，并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

本标准规定了 4-氯-3,5-二甲基苯酚的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存以及安全。

本标准适用于以 3,5-二甲基苯酚为原料用氯化法生产的 4-氯-3,5-二甲基苯酚。

分子式： C_8H_9ClO

OH

结构式：

相对分子质量：156.61（按 2016 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 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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 试验方法中所有制剂及制品的制备

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 气相色谱法通则

GB/T 21781 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

3 要求

3.1 外观：白色或类白色针状结晶或结晶性粉末。

3.2 4-氯-3,5-二甲基苯酚的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
澄清度试验	通过试验
熔融范围/℃	114~116
水分, $w/\%$	≤ 0.5
4-氯-3,5-二甲基苯酚, $w/\%$	≥ 99.0
四氯乙烯, $w/\%$	≤ 0.1
3,5-二甲基苯酚, $w/\%$	≤ 0.3
2-氯-3,5-二甲基苯酚, $w/\%$	≤ 0.3
2,4-二氯-3,5-二甲基苯酚, $w/\%$	≤ 0.3
灼烧残渣, $w/\%$	≤ 0.1
铁/(mg/kg)	≤ 50

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

本标准所用试剂和水, 在没有注明要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、制剂和制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.3 外观的测定

取适量样品于白色衬底的玻璃器皿或白瓷盘中, 在自然光或日光灯下目视观察。

4.4 澄清度试验

4.4.1 仪器

比色管: 50 mL。

4.4.2 分析步骤

称取约 5 g 样品 (精确至 0.1 g), 置于比色管中, 先加少量无水乙醇溶解, 再加无水乙醇至刻度线, 混匀。另取一个比色管, 做空白样。将样品溶液与空白样对比, 目视观察, 溶液澄清度和微小颗粒杂质无明显差别, 则通过试验。

4.5 熔融范围的测定

按 GB/T 21781 中“熔融范围的试验方法”的规定执行。

4.6 水分的测定

按 GB/T 6283 中“直接电量滴定法”的规定执行，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

4.7 4-氯-3,5-二甲基苯酚、四氯乙烯、3,5-二甲基苯酚、2-氯-3,5-二甲基苯酚、2,4-二氯-3,5-二甲基苯酚含量的测定

4.7.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品经汽化通过毛细管柱使其中各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法定量。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.7.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99 %，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.7.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.7.2.4 乙醇。

4.7.3 仪器

4.7.3.1 气相色谱仪：配有毛细管柱进样装置和氢离子化检测器。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定，仪器的线性范围应满足分析的要求。

4.7.3.2 微量注射器：10 μL 。

4.7.3.3 色谱数据处理工作站。

4.7.4 色谱柱及色谱操作条件

推荐的色谱柱及色谱操作条件见表 2。典型气相色谱图及各组分相对保留值分别见附录 A 中图 A.1 和表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	固定相为 5 % 苯基-95 % 甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.25 mm×0.25 μm
柱箱温度/℃	初始温度 110 ℃，保持时间 2 min；以 15 ℃/min 的速率升温至 250 ℃；在 250 ℃时保持 5 min
汽化室温度/℃	250
检测室温度/℃	270
柱流量（氮气）/(mL/min)	1
燃烧气（氢气）流量/(mL/min)	40
助燃气（空气）流量/(mL/min)	400
分流比	50 : 1
进样量/ μL	0.4

4.7.5 分析步骤

4.7.5.1 样品处理

分别称取约 1 g 样品、10 g 乙醇（精确至 0.01 g），放入进样瓶中，溶解均匀。

4.7.5.2 样品测试

启动气相色谱仪，参照表 2 所列色谱操作条件调试仪器，基线稳定后，用微量注射器吸取 0.4 μL 试样注入气相色谱仪中，用色谱数据处理工作站计算结果。

4.7.6 结果计算

组分 i 的质量分数 w_i ，按公式（1）计算：

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

式中：

A_i ——组分 i 的峰面积；

$\sum A_i$ ——所有组分的峰面积的总和；

w_1 ——水分的含量的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

4.8 灼烧残渣的测定

4.8.1 方法提要

样品经炭化、高温灼烧后所残留物质称重，得到灼烧残渣的质量。

4.8.2 试剂

盐酸溶液：1+1。

4.8.3 仪器

4.8.3.1 马弗炉。

4.8.3.2 石英坩埚：不小于 50 mL。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 石英坩埚浸于盐酸溶液中 2 h，洗净，烘干。

4.8.4.2 将已经处理过的石英坩埚放入马弗炉中，在 $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h。取出石英坩埚，放入干燥器中冷却至室温，称重，精确至 0.000 1 g。重复操作至恒重。

4.8.4.3 在已恒重的石英坩埚中称取 20 g 样品，精确至 0.000 1 g。将盛有样品的坩埚放在电炉上缓慢加热，直至试样完全炭化。将石英坩埚放入马弗炉中，加热至 $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，灼烧 1 h。取出石英坩埚，放入干燥器中冷却至室温，称重，精确至 0.000 1 g。重复操作至恒重。

4.8.5 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——坩埚加残渣的质量的数值，g；

m_2 ——坩埚的质量的数值，g；

m ——样品的质量的数值，g。

取两次平行测定结果的算数平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

4.9 铁含量的测定

4.9.1 方法提要

从光源辐射出待测元素的特征波长的光通过火焰原子化系统产生的样品蒸气时被蒸气中待测元素的基态原子吸收，在一定实验条件下，吸收度（A）的大小与样品中待测元素的浓度关系符合光吸收定律。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 铁标准溶液：100 mg/L。

4.9.2.2 盐酸溶液：1+1。

4.9.3 仪器

4.9.3.1 石英坩埚：不小于 50 mL。

4.9.3.2 火焰原子吸收分光光度计。

4.9.4 标准工作曲线

取铁标准溶液 0.00 mL、0.15 mL、0.50 mL、1.25 mL、2.50 mL、5.00 mL，分别放于 50 mL 容量瓶中，分别加入 10 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度线，配制成浓度为 0.0 μg/mL、0.3 μg/mL、1.0 μg/mL、2.5 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL 的铁标准溶液，摇匀，静置。在 248.3 nm 波长下，测吸光度。以铁标准溶液浓度为横坐标，以吸光度为纵坐标，绘制标准工作曲线。

4.9.5 分析步骤

取 10 mL 盐酸溶液溶解 4.8 中测定后石英坩埚中的灼烧残渣，将溶液移至 50 mL 容量瓶中，加水定容，摇匀。在 248.3 nm 波长下，测吸光度。查标准工作曲线。

4.9.6 结果计算

铁的含量以 w_3 计，数值以 mg/kg 表示，按公式（3）计算：

$$\dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ ——由标准工作曲线中查出的铁的质量浓度的数值，μg/mL；

V ——样品溶液的体积的数值，mL；

m ——样品的质量的数值，g。

取两次平行测定结果的平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 mg/kg。

5 检验规则

5.1 本标准第3章中规定的所有项目均为型式检验项目，其中，外观、澄清度试验、熔融范围、水分、4-氯-3,5-二甲基苯酚、四氯乙烯、3,5-二甲基苯酚、2-氯-3,5-二甲基苯酚、2,4-二氯-3,5-二甲基苯酚、灼烧残渣为出厂检验项目。在正常生产情况下，每3个月应进行一次型式检验。当出现以下情况时，应及时进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后又恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- e) 发生重大质量事故时；
- f) 合同规定；
- g) 质量监督机构依法提出要求时。

5.2 以同等质量的均匀产品为一批，可按生产周期组批。

5.3 按GB/T 6678和GB/T 6679的规定采样，所采样品的总量不少于250 g。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的玻璃瓶中，贴上标签，注明样品名称、批号、采样日期。一份供检验，另一份保存备查。

5.4 检验结果的判定按GB/T 8170规定的修约值比较法进行。如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

6.1.1 4-氯-3,5-二甲基苯酚的包装容器上应有牢固、清晰的标识，其内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 厂址；
- c) 产品名称；
- d) 生产日期或批号；
- e) 净含量；
- f) 本标准编号；
- g) GB 190中规定的“杂项危险物质和物品”的标志。

6.1.2 每批出厂的4-氯-3,5-二甲基苯酚应附有一定格式的质量证明书，内容至少包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期和/或批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

采用洁净、干燥的内衬聚乙烯袋的纸板桶包装，净含量 25 kg/桶。也可根据用户要求采用其他包装方式，包装方式应安全、可靠。

6.3 运输

运输车辆应配备相应品种的消防器材，严禁与强氧化剂、食用化学品等混装混运。运输途中应防潮、防暴晒、防雨淋、防高温、防静电。

6.4 贮存

应贮存在通风、干燥的仓库中，防止受潮、雨淋和日晒。与强氧化剂、强还原剂、强碱等分储，远离火种、热源。储区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

7 安全

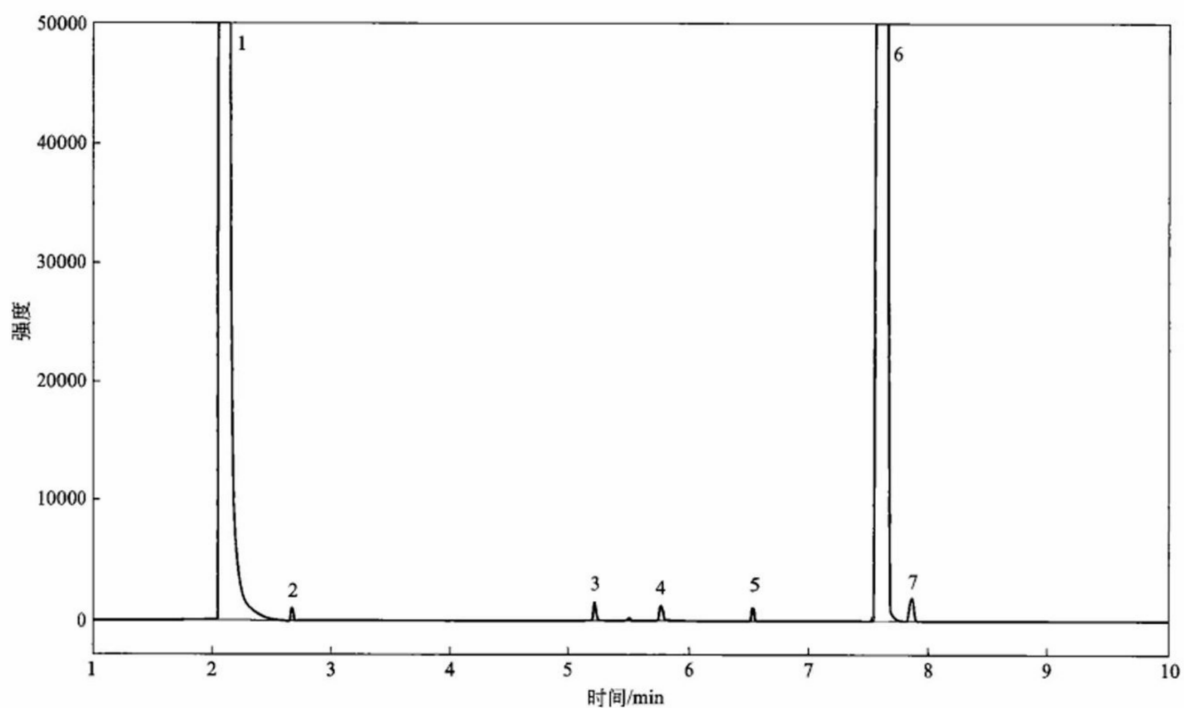
眼睛接触该物质，用水冲洗，如仍觉眼刺激，就医。皮肤接触，脱去污染的衣服和鞋子，用温和的肥皂水和清水彻底冲洗暴露部位，如刺激症状持续，就医。如吸入大量的烟雾，立即将患者移至空气新鲜处，并保持呼吸舒适的休息姿势，若呼吸困难，给氧，如呼吸停止，立即进行人工呼吸，就医。发生火灾时，可用泡沫、干粉、二氧化碳、砂土灭火。

附录 A
(规范性附录)

各组分含量测定的典型气相色谱图及各组分相对保留值

A.1 各组分含量测定的典型气相色谱图

各组分含量测定的典型气相色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——乙醇；
- 2——四氯乙烯；
- 3——3,5-二甲基苯酚；
- 4——2-氯-3,5-二甲基苯酚；
- 5——4-氯-3-甲基苯酚；
- 6——4-氯-3,5-二甲基苯酚；
- 7——2,4-二氯-3,5-二甲基苯酚。

图 A.1 各组分含量测定的典型气相色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	乙醇	0.272
2	四氯乙烯	0.351
3	3,5-二甲基苯酚	0.684
4	2-氯-3,5-二甲基苯酚	0.757
5	4-氯-3-甲基苯酚	0.857
6	4-氯-3,5-二甲基苯酚	1.000
7	2,4-二氯-3,5-二甲基苯酚	1.031

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
**4-氯-3,5-二甲基苯酚、工业用乙二醛水溶液
和工业用 L-八氢吡啶-2-羧酸
(2017)**

HG/T 5274~5276—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3 字数 70.0 千字

2018 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2455

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：42.00 元

版权所有 违者必究