

ICS 71.080.15

G 17

备案号:38713—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4474—2012

工业用对苯二甲酰氯

Terephthaloyl chloride for industrial use

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准起草单位:山东凯盛新材料股份有限公司。

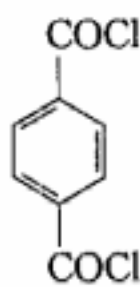
本标准主要起草人:李云龙、李文娟、王荣海、孙丰春、王志亮、贾远超。

工业用对苯二甲酰氯

1 范围

本标准规定了工业用对苯二甲酰氯的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存、安全等。
本标准适用于以对苯二甲酸和氯化剂为原料,在催化剂作用下,发生酰化反应,精馏后生产的工业用对苯二甲酰氯。
本标准并不是旨在说明与其使用有关的安全问题,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的规定。

分子式: $C_8H_4O_2Cl_2$
结构式:



相对分子质量: 203.02 (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,仅所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 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法
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

3 要求

- 3.1 外观: 白色结晶。
3.2 工业用对苯二甲酰氯指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	一等品
对苯二甲酰氯, w/%	≥ 99.90	99.60
对苯二甲酸, w/%	≤ 0.01	
间苯二甲酰氯, w/%	≤ 0.01	
其他杂质之和, w/%	≤ 0.08	0.30
熔点范围/℃	82~83	

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符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.3 外观的测定

在自然光或荧光灯下,将适量实验室样品平摊在清洁的白纸上,目视观察。

4.4 对苯二甲酰氯、对苯二甲酸、间苯二甲酰氯、其他杂质之和含量的测定

4.4.1 外标法(仲裁法)

4.4.1.1 方法提要

采用高效液相色谱法。样品用甲醇酯化,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,采用外标法定量,计算样品中对苯二甲酸、间苯二甲酰氯、其他杂质之和的含量,对苯二甲酰氯含量为 100 减去所有的色谱杂质后得到。

4.4.1.2 试剂

4.4.1.2.1 甲醇:色谱纯,质量分数 $\geq 99.9\%$,水的质量分数 $\leq 0.01\%$ 。

4.4.1.2.2 冰乙酸。

4.4.1.2.3 对苯二甲酸:质量分数 $\geq 99\%$ 。

4.4.1.2.4 间苯二甲酰氯:质量分数 $\geq 99\%$ 。

4.4.1.2.5 其他杂质:质量分数 $\geq 99\%$ 。

4.4.1.3 仪器

4.4.1.3.1 高效液相色谱仪:配有可变波长的紫外吸收检测器、10 μ L 定量环和在线脱气装置。

4.4.1.3.2 色谱工作站。

4.4.1.3.3 微量注射器:100 μ L。

4.4.1.3.4 分析天平:感量 0.1 mg 。

4.4.1.3.5 惰性气体保护箱:干燥氮气保护。

4.4.1.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。对苯二甲酰氯含量测定的典型高效液相色谱图见附录 A 图 A.1,各组分的保留时间见附录 A 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	150 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,填料粒度 5 μ m
柱温/ $^{\circ}$ C	30
流动相	水+甲醇+冰乙酸=63+37+1(V+V+V)
流动速度/(mL/min)	1.5
检测器检测波长/nm	242
进样量/ μ L	10

4.4.1.5 分析步骤

4.4.1.5.1 外标溶液的制备

在惰性气体保护箱内,分别称取约 0.02 g 对苯二甲酸、间苯二甲酰氯及其他欲测杂质(对应实测试样所含杂质的组分),精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 容量瓶中,加入 100 mL 甲醇,于磁力搅拌器上搅拌酯化(搅拌酯化 30 min~60 min),然后吸取 1.0 mL,定容到 100 mL 容量瓶中,作为外标溶液。所配制的外标溶液中各杂质含量应与待测试样相近。

4.4.1.5.2 试样溶液的制备

在惰性气体保护箱内,称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 甲醇,于磁力搅拌器上搅拌酯化(搅拌酯化 30 min~60 min),作为待测试样溶液。

4.4.1.5.3 测定

在选定的色谱操作条件下,待仪器基线稳定后,将外标溶液和试样溶液分别进样,以外标法定量,计算各组分含量。

4.4.1.6 结果计算

4.4.1.6.1 对苯二甲酸、间苯二甲酰氯、其他杂质之和的质量分数 w_1 ,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_s A_i}{A_s m_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_s ——外标溶液中组分 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_i ——组分 i 的峰面积;
- A_s ——外标溶液中组分 i 的峰面积;
- m_i ——试样溶液中组分 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

4.4.1.6.2 对苯二甲酰氯的质量分数 w_2 ,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = 100 - \sum w_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\sum w_1$ ——试样中各色谱杂质的质量分数之和,数值以 % 表示。

4.4.2 面积归一化法

4.4.2.1 方法提要

采用高效液相色谱法。样品用甲醇酯化,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,面积归一法定量,计算样品中对苯二甲酰氯含量及其他各组分含量。

4.4.2.2 试剂

4.4.2.2.1 甲醇:色谱纯,质量分数≥99.9 %,水的质量分数≤0.01 %。

4.4.2.2.2 冰乙酸。

4.4.2.3 仪器

同 4.4.1.3。

4.4.2.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。对苯二甲酰氯含量测定的典型高效液相色谱图见附录 A 图 A.1,各组分的保留时间见附录 A 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。

4.4.2.5 分析步骤

在惰性气体保护箱内称取 0.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 甲醇,于磁力搅拌器上搅拌酯化(搅拌酯化 30 min~60 min),得到试样溶液。

在选定色谱条件下,仪器基线稳定后,取试样溶液进样,面积归一化法定量,计算各组分含量。

4.4.2.6 结果计算

组分 i 的质量分数 w_3 ,数值以 % 表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A_i ——组分 i 的峰面积。

4.4.3 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绝对差值见表 3。

表 3 色谱测定结果允许差

项目	对苯二甲酰氯	对苯二甲酸	间苯二甲酰氯	其他杂质之和
绝对差值/%	≤ 0.05	0.005	0.005	0.005

4.5 熔点范围的测定

按照 GB/T 617—2006 中 4.2 熔点仪方法测定。

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得大于 1℃。

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。出厂检验每批进行一次。
- 5.2 工业用对苯二甲酰氯应由生产厂的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准要求。
- 5.3 在原材料、工艺不变的条件下,以每批投料的均匀产品为一批或每一集装罐盛装的对苯二甲酰氯为一批。
- 5.4 工业用对苯二甲酰氯的采样单元数按 GB/T 6678 的规定确定。
- 5.5 工业用对苯二甲酰氯采样应在氮气保护下,按 GB/T 6679 的规定进行。所取实验室样品总量不得少于 100 g。在氮气保护下,将实验室样品混合均匀分成两份,分装于清洁、干燥的试样瓶中,贴上标签,注明产品名称、批号、取样日期、取样地点、取样者姓名。一瓶供检验用,一瓶留样备查。
- 5.6 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍数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,则整批产品应为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用对苯二甲酰氯包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:

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

6.1.2 每批出厂的工业用对苯二甲酰氯都应附有质量合格证明。内容至少包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 批号和/或生产日期;
- d) 产品等级;
- e) 检验结论。

6.2 包装

工业用对苯二甲酰氯应采用钢塑复合桶或集装罐箱包装。灌装前,应先用氮气将桶内空气置换;灌装后,充入氮气,桶口用密封圈密封,防水盖应拧紧。包装桶应防潮、防水、不易破碎。

6.3 运输

工业用对苯二甲酰氯在运输过程中不得雨淋水浸、曝晒,装卸时轻拿轻放,保证包装的完整,防止破损。

6.4 贮存

工业用对苯二甲酰氯应贮存在干燥、清洁、通风的库房内,避免受潮、雨淋。集装罐应保证罐内充满氮气。

7 安全

7.1 对苯二甲酰氯是酸性腐蚀品,遇水分解,放出腐蚀性气体,与强氧化剂可发生化学反应。

7.2 对苯二甲酰氯堆放场所和仓库应设置专用的消防器材,如干粉、二氧化碳、砂土等灭火剂,禁止用水或泡沫灭火。

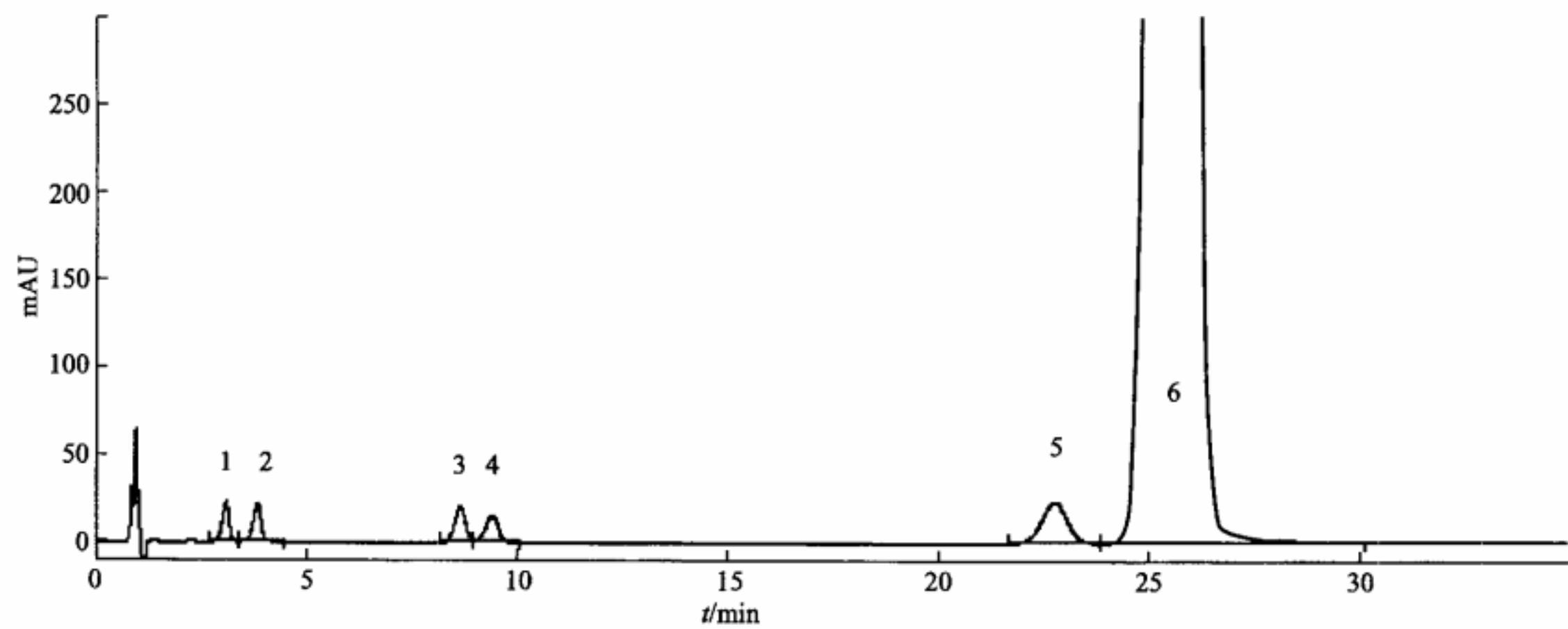
7.3 从事对苯二甲酰氯的生产、运输、贮存及使用人员,操作时要使用必要的防护用品。

附 录 A
(规范性附录)

对苯二甲酰氯及杂质含量测定的典型色谱图和各组分参考保留时间

A.1 对苯二甲酰氯及杂质含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



- 1——间苯二甲酸；
- 2——对苯二甲酸；
- 3——间苯二甲酸单酰氯；
- 4——对苯二甲酸单酰氯；
- 5——间苯二甲酰氯；
- 6——对苯二甲酰氯。

图 A.1 对苯二甲酰氯及杂质典型色谱图

A.2 各组分的保留时间

表 A.1 各组分的参考保留时间

峰序	组分名称	保留时间/min	相对保留值
1	间苯二甲酸	3.088	0.09
2	对苯二甲酸	3.837	0.12
3	间苯二甲酸单酰氯	8.643	0.31
4	对苯二甲酸单酰氯	9.395	0.34
5	间苯二甲酰氯	22.768	0.88
6	对苯二甲酰氯	25.700	1.00

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工 业 用 对 苯 二 甲 酰 氯
HG/T 4474—2012

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)
化学工业出版社印刷厂
880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 14 千字
2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷
书号:155025·1532

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:

定价:10.00 元 版权所有 违者: